

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Solos
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

Manual de Métodos de Análise de Solo

3ª edição revista e ampliada

*Paulo César Teixeira
Guilherme Kangussu Donagemma
Ademir Fontana
Wenceslau Geraldes Teixeira*
Editores Técnicos

Embrapa
Brasília, DF
2017

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Solos

Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024. Jardim Botânico

CEP: 22460-000 - Rio de Janeiro, RJ

Fone: + 55 (21) 2179-4500

Fax: + 55 (21) 2179-5291

<https://www.embrapa.br>

<https://www.embrapa.br/fale-conosco/sac/>

Unidade responsável pelo conteúdo e edição

Embrapa Solos

Comitê de Publicações da Embrapa Solos

Presidente: *José Carlos Polidoro*

Secretário-Executivo: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Membros: *Ademar Barros da Silva, Adriana Vieira de C. de Moraes, Alba Leonor da Silva Martins, Enyomara Lourenço Silva, Evaldo de Paiva Lima, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Luciana Sampaio de Araujo, Maria Regina Laforet, Maurício Rizzato Coelho, Moema de Almeida Batista, Wenceslau Gerales Teixeira*

Supervisão editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Normalização bibliográfica: *Luciana Sampaio de Araujo*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Capa: *Eduardo Guedes de Godoy*

Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes e
Marcos Antônio Nakayama*

3ª edição

Publicação digitalizada (2017)

Todos os direitos reservados.

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Embrapa Solos

Manual de métodos de análise de solo / Paulo César Teixeira ... [et al.], editores técnicos. – 3. ed. rev. e ampl. – Brasília, DF : Embrapa, 2017.

573 p. : il. color.

ISBN 978-85-7035-771-7

1. Análise do solo. 2. Física do solo. 3. Química do solo. 4. Matéria orgânica. 5. Mineralogia. I. Teixeira, Paulo César. II. Donagemma, Guilherme Kangussu. III. Fontana, Ademir. IV. Teixeira, Wenceslau Gerales. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

— Capítulo 23 —

MICROELEMENTOS

David Vilas Boas de Campos

Paulo César Teixeira

23.1 Introdução

O conhecimento da disponibilidade de micronutrientes no solo é fundamental para recomendações de fertilização adequadas, para evitar problemas de deficiência ou toxicidade. Para a escolha de um método de análise do solo, é fundamental uma correlação positiva entre a concentração de nutrientes determinada pelo método e a quantidade de nutrientes absorvida pelas plantas (LOPES; ABREU, 2000).

23.2 Princípio

Extração dos microelementos por meio de solução quelante (DTPA) ou solução mista de ácidos. A determinação dos elementos é feita por espectrometria de absorção atômica com chama ou por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).

O método da absorção atômica de chama usa como princípio a absorção de radiação ultravioleta por parte dos elétrons, que, ao sofrerem um salto quântico depois de devidamente excitados por uma fonte de energia (por exemplo, a chama de um gás e um comburente, como o acetileno a 3.000 °C, no caso da espectrometria de absorção atômica de chama),

devolvem a energia recebida para o meio, voltando, então, para a sua camada orbital de origem.

O princípio geral do ICP-OES baseia-se na energização do átomo, que resulta no movimento de elétrons de um orbital mais próximo para outro mais afastado do núcleo, deixando o átomo num estado excitado. O estado de ionização é atingido quando a energização é elevada, transformando o átomo num íon. Após o processo de excitação, os elétrons dos átomos excitados e/ou dos íons excitados retornam rapidamente ao orbital de origem, emitindo energia eletromagnética, fótons, com comprimento de onda específico para cada elemento e cada transição. No espectrofotômetro, os fótons são transformados em sinais eletrônicos, que são convertidos em concentração, após as devidas calibrações (BOSS; FREDEEN, 1997).

23.3 Material e Equipamentos

- Balão volumétrico de 1 L.
- Erlenmeyer de 50 mL ou tubos falcon de 50 mL.
- Proveta de 5 mL ou 10 mL e 100 mL.
- Pipetas de 20 mL e 25 mL.
- Filtro de papel.
- pHmetro.
- Balança analítica.
- Agitador mecânico orbital.
- Centrífuga.
- Espectrômetro de absorção atômica de chama ou espectrômetro de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES).

23.4 Reagentes e soluções

- **Solução extratora DTPA** – pesar 14,92 g de TEA, 1,967 g de ácido dietilenotriamina penta acético (DTPA) ($C_{14}H_{23}N_3O_{10}$) e 1,47 g de cloreto de cálcio p.a. ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$). Colocar em balão volumétrico de 1 L, contendo 900 mL de água destilada ou deionizada. Dissolver, ajustar o pH até 3 com solução de HCl 1 mol L⁻¹ e completar o volume com água.
- **Soluções padrão de Cu, Zn, Fe, Mn** – adquirir padrões de 1.000 mg L⁻¹ desses elementos, individuais ou misto.
- **Solução extratora de Mehlich-1 (HCl 0,05 mol L⁻¹ + H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹)** – colocar em balão volumétrico de 1 L contendo 500 mL de água destilada ou deionizada, 4,15 mL de HCl p.a (d = 1,19 e 37%) e 0,68 mL de H₂SO₄ p.a (d = 1,84 e 98%). Completar o volume com água. Homogeneizar.
- **Solução de HCl 1 mol L⁻¹** – adicionar 84 mL de HCl concentrado (d = 1,19 g cm⁻³ e 37%) em balão volumétrico de 1 L previamente preenchido até a metade com água destilada ou deionizada. Completar o volume.

23.5 Procedimento

Duas técnicas de extração são descritas sucessivamente.

23.5.1 Método DTPA

- Pesar 10 g de solo e colocar em Erlenmeyer de 50 mL (ou em tubos falcon de 50 mL).
- Adicionar 20 mL da solução extratora DTPA.
- Agitar por 2 h em agitador mecânico orbital a 220 rpm e filtrar imediatamente a suspensão (em alguns casos, deve-

se centrifugar e filtrar). No filtrado, determinar os micronutrientes por espectrometria de absorção atômica de chama, utilizando lâmpadas apropriadas para cada elemento, ou por espectrometria de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES).

- Caso necessário, fazer a diluição do extrato de leitura e realizar nova determinação.

23.5.2 Método de Mehlich modificado

- Pesar 5 g de solo e colocar em Erlenmeyer de 50 mL (ou em tubos falcon de 50 mL).
- Adicionar 25 mL de solução extratora de Mehlich-1 (item 23.4).
- Agitar por 5 minutos em agitador mecânico horizontal (ou orbital a 220 rpm) e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado, determinar os micronutrientes por espectrometria de absorção atômica de chama, utilizando lâmpadas apropriadas para cada elemento, ou por espectrometria de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES).
- Caso necessário, fazer a diluição do extrato de leitura e realizar nova determinação.

23.6 Cálculo

$$\text{Microelemento (mg kg}^{-1}\text{)} = L \times 5$$

Em que:

L – leitura do extrato, em mg L⁻¹.

Valor 5 – equivale a 200/40, sendo 200 da mudança de 5 g para 1 kg de solo e 40 da divisão de 1.000 mL para a alíquota de 25 mL.

23.7 Observações

Por conveniência, pode-se preparar volumes maiores das soluções extratoras (exemplo, 5 L) utilizando reagentes com massas e volumes proporcionais.

Caso necessário, fazer a diluição do extrato de leitura e considerar também a diluição feita para o cálculo.

23.8 Referências

BOSS, C. B.; FREDEEN, K. J. **Concepts, instrumentation and techniques in inductively coupled plasma optical emission spectrometry**. New York: Perkin Elmer, 1997. 110 p.

LOPES, S. D.; ABREU, C. A. Micronutrientes na agricultura brasileira: evolução histórica e futura. In: NOVAIS, R. F. de; ALVAREZ V., V. H.; SCHAEFER, C. E. G. R. (Ed.). **Tópicos em ciência do solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2000. v. 1, p. 265-298.

23.9 Literatura recomendada

ASSUMPÇÃO, J. C. de. **Comparação dos extratores EDTA, DTPA e acetato de amônio NH₄OAc, com o extrator de Mehlich na determinação de micronutrientes em solos tropicais**. 1995. 118 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal Fluminense, Niterói.

BATAGLIA, O. C.; RAIJ, B. van. Eficiência de extratores de micronutrientes na análise de solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 13, n. 2, p. 205-212, 1989.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Development of DTPA soil test for zinc, iron, manganese, and copper. **Soil Science Society of America Journal**, v. 42, n. 3, p. 421-428, 1978.

LINDSAY, W. L.; NORVELL, W. A. Equilibrium relationships of Zn⁺², Fe⁺³, Ca⁺² and H⁺ with EDTA and DTPA in soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 33, n. 1, p. 62-68, 1969.

MATAR, A. E. Soil testing as a guide to fertilization in west Asia and North Africa (Wana) region. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 23, n. 17/20, p. 2.075-2.085, 1992.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄**. Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. 195 p.

MILAGRES, J. J. M.; ALVAREZ V., V. H.; CANTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L. Determinação de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos do solo por diferentes extratores e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido e espectrofotometria de absorção atômica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 31, n. 2, p. 237-245, 2007.

OLIVEIRA, L. B. de (Coord.). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

PECK, T. R. Soil testing: past, present and future. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 21, n. 13/16, p. 1.165-1.186, 1990.

RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 25, n. 7/8, p. 799-816, 1994.

RAIJ, B. van; BATAGLIA, O. C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, C. P. **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fósforo, 1991. p. 333-355.

SARTO, M. V. M; STEINER, F.; LANA, M. C. Assessment of micronutrient extractants from soils of Paraná, Brazil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, n. 6, p. 2.093-2.103, 2011.

SIMS, J. T. Comparison of mehlich 1 and mehlich 3 extractants for P, K, Ca, Mg, Cu and Zn in atlantic coastal plain soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 20, n. 17/18, p. 1707-1726, 1989.