

*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 24 —

## ATAQUE TRIÁCIDO

David Vilas Boas de Campos

Paulo César Teixeira

### 24.1 Princípio

Minerais e compostos orgânicos componentes do solo são totalmente solubilizados por meio da digestão com uma mistura ternária de ácidos fortes e concentrados ( $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$ ), liberando seus elementos constituintes posteriormente determinados por métodos complexométricos ou espectrométricos.

### 24.2 Material e Equipamentos

- Béquer de 50 mL.
- Balão volumétrico de 50 mL.
- Proveta de 5 mL e 10 mL.
- Béquer de teflon ou cadinho de Pt.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama.
- Banho de areia.
- Balança analítica.
- Estufa.
- Espectrômetro de absorção atômica com chama.

### 24.3 Reagentes

- Ácido perclórico concentrado ( $\text{HClO}_4$ ).
- Ácido nítrico concentrado ( $\text{HNO}_3$ ).
- Ácido clorídrico concentrado ( $\text{HCl}$ ).
- Ácido fluorídrico concentrado ( $\text{HF}$ ).

### 24.4 Procedimento

- Pesar 1 g de solo e, em capela de exaustão de gases, adicionar 2 mL de  $\text{HNO}_3$  e 2 mL de  $\text{HClO}_4$ . Usar béquer de teflon ou cadinho de Pt em banho de areia. Aquecer até evaporação completa. Deixar esfriar.
- Adicionar 3 mL de  $\text{HClO}_4$  e 5 mL de  $\text{HF}$ . Deixar em contato durante a noite. Pela manhã, aquecer até evaporação completa, deixar esfriar.
- Repetir item acima.
- Adicionar 3 mL de  $\text{HClO}_4$ . Aquecer até evaporação completa. Deixar esfriar.
- Dissolver e suspender o resíduo com 8 mL de água e 3 mL de  $\text{HCl}$  ( $d = 1,19 \text{ g cm}^{-3}$  e 37%). Aquecer até que a solução fique límpida. Transferir para béqueres de 50 mL e colocar em estufa (70 °C) durante a noite. Deixar esfriar, transferir para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada.
- Determinar o Fe, Al e outros elementos por espectrometria de absorção atômica com chama, preparando padrões apropriados para cada elemento.

### 24.5 Observação

O ácido fluorídrico (HF) é uma substância que deve ser utilizada com muito cuidado. O seu maior perigo é que, se em contato com a pele, esta não se queima, sendo os danos internos, enfraquecendo e até corroendo parte do osso. O uso de EPI é obrigatório.

## 24.6 Literatura recomendada

HILLEBRAND, W. F.; LUNDELL, G. E.; BRIGHT, H. A.; HOFFMANN, J. I. **Applied inorganic analysis with special reference to the analysis of metals, minerals and rocks**. 2nd ed. New York: J. Wiley, 1953. 1034 p.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**: advanced course. Madison: University of Wisconsin, 1974. 895 p.

MELO, M. E. C. C.; JOHAS, R. A. L.; DURIEZ, M. A. M.; ARAÚJO, W. S. Teores de ferro na terra fina e na argila por ataques sulfúrico e triácido e extração pelo CBD. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p. 68-79.

PRATT, P. F. Digestion with hydrofluoric and perchloric acids for total potassium and sodium. In: BLACK, C. A.; EVANS, D. D.; ESNMINGER, L. E.; CLARK, F. E. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 2: chemical and microbiological properties. Madison: American Society of Agronomy, 1965. p. 1019-1021.

PRATT, P. F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 1, n. 1, p. 401-406, 1966.