

*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*

Secretária-Executiva: *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 Geraldes 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.

574 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 Geraldes. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

— Capítulo 4 —

CARBONO E NITROGÊNIO TOTAL – Analisador elementar

Ademir Fontana

Silmara Rossana Bianchi

4.1 Introdução

Nos solos, de maneira geral, podem ser encontrados diversos componentes cujas estruturas apresentam elementos como o carbono (C), hidrogênio (H) e nitrogênio (N). A matéria orgânica do solo, em seus diversos estágios de transformação e origem, representa um importante conjunto de estruturas, moléculas e/ou substâncias que contêm esses elementos. Outros materiais, como carbonatos e bicarbonatos, também são fontes desses elementos.

Diante da natureza dessa análise, a determinação por analisador elementar não considera os diversos compartimentos e/ou a origem no solo, principalmente para o carbono, cuja origem poderá incluir materiais minerais e orgânicos.

4.2 Princípio

A amostra é submetida ao processo de combustão (temperatura em torno de 1.000 °C), onde o carbono é

convertido em CO_2 , hidrogênio em H_2O , e o nitrogênio em N_2 gasoso. Outros elementos, como, por exemplo, o cloro, também são convertidos em produto de combustão apropriado, tal como cloreto de hidrogênio.

Após a combustão, os produtos são arrastados para fora da câmara de combustão por meio de um gás de transporte inerte, como o hélio, e passa através de uma coluna aquecida (em torno de $625\text{ }^\circ\text{C}$) de cobre de elevada pureza. O cobre tem a função de remover o oxigênio residual não consumido na combustão.

Para a determinação do C, N e H, os gases gerados na câmara de combustão (CO_2 , N_2 , H_2O) são separados em uma coluna de cromatografia gasosa, seguido da detecção por condutividade térmica.

4.3 Material e Equipamentos

- Analisador elementar automático de CHN ou CHNS/O.
- Colunas de combustão e redução de quartzo de acordo com a marca e modelo do equipamento.
- Cilindros de gases de acordo com a marca e modelo do equipamento.
- Gral e pistilo (preferencialmente de ágata).
- Peneira de 80 mesh.
- Microbalança com precisão de 0,0001 mg.
- Espátulas e pinças metálicas.
- Cápsulas de estanho: conforme indicação de cada equipamento.

4.4 Reagentes e soluções

- Padrão analítico de alta pureza para calibração – acetanilida (C = 71,09%, H = 6,71%, N = 10,36%).

- Reagentes e acessórios para o preenchimento das colunas de acordo com a marca e modelo de equipamento.
- **Solução de HCl diluído 1:10** – Adicionar 100 mL de HCl concentrado em balão volumétrico de 1 L previamente preenchido até a metade com água deionizada. Completar o volume com água. Homogeneizar.

4.5 Procedimento

4.5.1 Colunas e padrão de referência

- Proceder a montagem das colunas de combustão e redução utilizando os respectivos reagentes de acordo com o manual do equipamento utilizado.
- Pesar em cápsula de estanho, com o auxílio de uma espátula metálica e das pinças, aproximadamente, 2,0000 mg ($\pm 0,0001$ mg) de padrão de acetanilida para a calibração do equipamento conforme orientação do fabricante.
- Fechar a cápsula.

4.5.2 Amostra de solo

- Separar em gral e pistilo aproximadamente 1,0 g de solo (TFSA)⁽⁸⁾.
- Moer e peneirar⁽⁹⁾ a 80 mesh.

⁽⁸⁾ Em solo com sinais de carbonatos ou bicarbonatos, separar uma amostra e adicionar quantidades de solução de HCl diluído 1:10 até não se observar efervescência; após, secar em estufa a 40 °C. Essa amostra será macerada e utilizada para a determinação dos elementos.

⁽⁹⁾ O solo poderá ser moído em moinho de bolas ou de qualquer outra forma que leve à qualidade de tamanho de partículas como o talco.

- Pesar em cápsula de estanho aproximadamente 25,00 mg⁽¹⁰⁾ ($\pm 0,01$ mg) de amostra de solo.
- Fechar a cápsula.

4.5.3 Determinação do carbono e nitrogênio

- Acondicionar a cápsula do padrão e do solo no analisador elementar de acordo com o manual do equipamento.
- Proceder as leituras⁽¹¹⁾ e anotar as concentrações de cada elemento⁽¹²⁾.

4.6 Observações

No momento da amostragem do solo, deve-se analisar a possível presença de minerais carbonatados, como fragmentos de rocha ou minerais secundários (nódulos carbonáticos), ou em áreas agrícolas pela aplicação recente de calcário como corretivo ou fertilizantes nitrogenados. Como o procedimento não discrimina a origem dos elementos, o conhecimento do histórico da amostra mostra-se importante na avaliação e interpretação dos resultados dessa análise.

4.7 Literatura recomendada

ANALYTICAL METHODS COMMITTEE. Evaluation of analytical instrumentation. Part XIX CHNS elemental analysers.

Accreditation and Quality Assurance, v. 11, n. 11, p. 569-576, Nov. 2006.

⁽¹⁰⁾ Em solo que apresenta alto teor de matéria orgânica (ex.: solos orgânicos – turfa), a massa pode ser reduzida para até 10,00 mg. Por outro lado, em solo com muito baixo teor de matéria orgânica, a massa pode ser aumentada para 50,00 mg.

⁽¹¹⁾ A leitura do padrão e do solo deve seguir as especificações do equipamento.

⁽¹²⁾ O cálculo do teor de cada elemento deverá ser observado especificamente no manual do usuário para cada modelo e marca de equipamento.