



**EMBRAPA**

**EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA**

Vinculada ao Ministério da Agricultura

**SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS**

**MANUAL DE MÉTODOS  
DE  
ANÁLISE DE SOLO**

**RIO DE JANEIRO  
1979**

MANUAL DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLO

**Publicação do SNLCS**

**Endereço: Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos -  
EMBRAPA  
Rua Jardim Botânico, 1024  
22460 - Rio de Janeiro, RJ  
Brasil**



EMBRAPA

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Vinculada ao Ministério da Agricultura

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS

MANUAL DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLO

Rio de Janeiro

1979

PEDE-SE PERMUTA  
PLEASE EXCHANGE  
ON DEMANDE L'ÉCHANGE

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Serviço  
Nacional de Levantamento e Conservação de Solos.  
Rio de Janeiro.

Manual de métodos de análise de solo . Rio de  
Janeiro, SNLCS, 1979.

1.v. ilustr.

1. Solos - Análise 2. Solos - Manual de Laboratô-  
rio. I Título.

CDD 631.410202



EMBRAPA

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Vinculada ao Ministério da Agricultura

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS

MANUAL DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLO

Rio de Janeiro

1979

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA

Ministro: Dr. ANGELO AMAURY STABILE

Secretário Geral: Engº Agrº HYGINO ANTÔNIO BAPTISTON

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Presidente: Dr. ELISEU ROBERTO DE ANDRADE ALVES

Diretoria Executiva: Dr. ÁGIDE GORGATTI NETTO

Dr. JOSÉ PRAZERES RAMALHO DE CASTRO

Dr. RAYMUNDO FONSECA ALVES

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS

Chefe: Dr. ABEILARD FERNANDO DE CASTRO

Chefe-Adjunto Técnico: Dr. CLOTÁRIO OLIVIER DA SILVEIRA

Chefe-Adjunto Administrativo: Dr. CESAR AUGUSTO LOURENÇO

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

---

A U T O R E S

---

Coordenação Geral - LUIZ BEZERRA DE OLIVEIRA

Parte 1 - Análises físicas

LUIZ BEZERRA DE OLIVEIRA

JOSÉ LOPES DE PAULA

Parte 2 - Análises químicas

WASHINGTON DE OLIVEIRA BARRETO

MARIA AMÉLIA DE MORAIS DURIEZ

RUTH ANDRADE LEAL JOHAS

Parte 3 - Análises de fertilidade

RAPHAEL MINNOTI BLOISE

JOSÉ FLÁVIO DYNIA

GISA NARA CASTELLINI MOREIRA

Parte 4 - Análises mineralógicas

LOIVA LIZIA ANTONELLO

THEREZINHA DA COSTA LIMA BEZERRA





Parte 1 - Análises físicas

---

ÍNDICE DOS MÉTODOS DESCRITOS

ÍNDICE 1

---

- 1.1 - PREPARO DA AMOSTRA E CÁLCULO DA TERRA FINA
- 1.2 - CALHAUS E CASCALHOS
- 1.3 - UMIDADE ATUAL
- 1.4 - UMIDADE RESIDUAL E FATOR "f"
- 1.5 - UMIDADE A 15 ATMOSFERAS
- 1.6 - UMIDADE A 1/10 E/OU 1/3 DE ATMOSFERA
- 1.7 - UMIDADE DE MURCHAMENTO (MÉTODO FISIOLÓGICO)
- 1.8 - EQUIVALENTE DE UMIDADE
- 1.9 - CURVAS CARACTERÍSTICAS DE RETENÇÃO DE UMIDADE
- 1.10 - CAPACIDADE DE CAMPO (MÉTODO DIRETO)
- 1.11 - DENSIDADE APARENTE
  - 1.11.1 - MÉTODO DO ANEL VOLUMÉTRICO
  - 1.11.2 - MÉTODO DA PROVETA
  - 1.11.3 - MÉTODO DO TORRÃO
  - 1.11.4 - MÉTODO DA ESCAVAÇÃO
- 1.12 - DENSIDADE REAL
- 1.13 - POROSIDADE TOTAL E ESPAÇO AÉREO
- 1.14 - MICROPOROSIDADE
- 1.15 - MACROPOROSIDADE
- 1.16 - ANÁLISE GRANULOMÉTRICA - DISPERSÃO TOTAL
  - 1.16.1 - MÉTODO DA PIPETA
  - 1.16.2 - MÉTODO DO DENSÍMETRO
- 1.17 - ARGILA DISPERSA EM ÁGUA
  - 1.17.1 - MÉTODO DA PIPETA
  - 1.17.2 - MÉTODO DO DENSÍMETRO
- 1.18 - GRAUS DE FLOCULAÇÃO E DISPERSÃO

- 1.19 - CLASSIFICAÇÃO TEXTURAL
- 1.20 - RELAÇÃO SILTE/ARGILA
- 1.21 - CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA
  - 1.21.1 - MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO A TERRA FINA
  - 1.21.2 - MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA NÃO DEFORMADA
- 1.22 - CAPACIDADE DE INFILTRAÇÃO
- 1.23 - CURVAS DE UMEDECIMENTO DO SOLO
- 1.24 - PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO
  - 1.24.1 - MÉTODO UTILIZANDO A TERRA FINA
  - 1.24.2 - MÉTODO UTILIZANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA NÃO DEFORMADA
- 1.25 - PERCENTAGEM DE AGREGADOS
  - 1.25.1 - MÉTODO POR VIA SECA
  - 1.25.2 - MÉTODO POR VIA ÚMIDA
- 1.26 - AGREGAÇÃO E ESTABILIDADE DE AGREGADOS EM ÁGUA
- 1.27 - LIMITE DE LIQUIDEZ
- 1.28 - LIMITE DE PLASTICIDADE E ÍNDICE DE PLASTICIDADE
- 1.29 - LIMITE DE PEGAJOSIDADE

- 2.1 - pH
  - 2.1.1 - pH EM ÁGUA
  - 2.1.2 - pH EM KCl N
  - 2.1.3 - pH EM CaCl<sub>2</sub> 0,01 M
- 2.2 - CARBONO ORGÂNICO
- 2.3 - MATÉRIA ORGÂNICA
- 2.4 - NITROGÊNIO TOTAL
  - 2.4.1 - KJELDAHL POR CÂMARA DE DIFUSÃO
  - 2.4.2 - KJELDAHL POR DESTILAÇÃO A VAPOR
- 2.5 - RELAÇÃO C/N
- 2.6 - FÓSFORO ASSIMILÁVEL
- 2.7 - TROCÁVEIS - EXTRAÇÃO
  - 2.7.1 - MÉTODO DO CLORETO DE POTÁSSIO N
  - 2.7.2 - MÉTODO DO ÁCIDO CLORÍDRICO 0,05 N
  - 2.7.3 - MÉTODO DO ACETATO DE CÁLCIO N A pH 7,0
- 2.8 - ALUMÍNIO TROCÁVEL
- 2.9 - CÁLCIO + MAGNÉSIO TROCÁVEIS
- 2.10 - CÁLCIO TROCÁVEL
- 2.11 - MAGNÉSIO TROCÁVEL
- 2.12 - POTÁSSIO TROCÁVEL
- 2.13 - SÓDIO TROCÁVEL
- 2.14 - VALOR S (SOMA DAS BASES)
- 2.15 - ACIDEZ TROCÁVEL ( $H^+ + A^{+++}$ )
- 2.16 - HIDROGÊNIO TROCÁVEL
- 2.17 - VALOR T (CAPACIDADE TOTAL DE TROCA DE CATIONS)
- 2.18 - VALOR V (PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO DE BASES)
- 2.19 - SATURAÇÃO COM ALUMÍNIO

| ÍNDICE DOS MÉTODOS DESCRITOS   | ÍNDICE 2 (cont.) |
|--|------------------|
| 2.20 - SATURAÇÃO COM SÓDIO   |                  |
| 2.21 - ATAQUE ALCALINO (FRAÇÃO ARGILA)   |                  |
| 2.22 - ATAQUE SULFÚRICO (TERRA FINA)   |                  |
| 2.23 - SiO <sub>2</sub>  |                  |
| 2.23.1 - MÉTODO GRAVIMÉTRICO (FRAÇÃO ARGILA)   |                  |
| 2.23.2 - MÉTODO GRAVIMÉTRICO (TERRA FINA)  |                  |
| 2.23.3 - MÉTODO COLORIMÉTRICO (TERRA FINA)   |                  |
| 2.24 - Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO                                 |                  |
| 2.25 - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO                                 |                  |
| 2.26 - TiO <sub>2</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO   |                  |
| 2.27 - MnO NO EXTRATO SULFÚRICO  |                  |
| 2.28 - P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO                                  |                  |
| 2.29 - RELAÇÕES Ki E Kr (TERRA FINA)   |                  |
| 2.30 - RELAÇÃO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (TERRA FINA) |                  |
| 2.31 - FERRO LIVRE   |                  |
| 2.32 - % DE ÁGUA NA PASTA SATURADA   |                  |
| 2.33 - CONDUTIVIDADE ELÉTRICA NO EXTRATO DE SATURAÇÃO                                      |                  |
| 2.34 - CÁLCIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.35 - MAGNÉSIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.36 - SÓDIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO   |                  |
| 2.37 - POTÁSSIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.38 - CARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.39 - BICARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.40 - CLORETOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.41 - SULFATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO  |                  |
| 2.42 - RELAÇÃO DE ADSORÇÃO DE SÓDIO  |                  |

- 2.43 - EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO
  - 2.43.1 - MÉTODO QUALITATIVO
  - 2.43.2 - MÉTODO QUANTITATIVO POR TITULAÇÃO
  - 2.43.3 - MÉTODO QUANTITATIVO GASOMÉTRICO
- 2.44 - NECESSIDADE DE GESSO
- 2.45 - ENXOFRE

- 3.1 - PREPARO DA AMOSTRA
- 3.2 - pH EM ÁGUA
- 3.3 - CÁLCIO + MAGNÉSIO TROCÁVEIS
- 3.4 - ALUMÍNIO TROCÁVEL
- 3.5 - FÓSFORO ASSIMILÁVEL
- 3.6 - POTÁSSIO TROCÁVEL
- 3.7 - SÓDIO TROCÁVEL
- 3.8 - MATÉRIA ORGÂNICA
- 3.9 - CÁLCIO TROCÁVEL
- 3.10 - HIDROGÊNIO + ALUMÍNIO TROCÁVEIS
- 3.11 - TEXTURA (DETERMINAÇÃO EXPEDITA)

- 4.1 - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA
- 4.2 - SEPARAÇÃO DOS MINERAIS
  - 4.2.1 - MÉTODO POR DENSIDADE
  - 4.2.2 - MÉTODO POR AÇÃO MAGNÉTICA
- 4.3 - ANÁLISE DOS MINERAIS
  - 4.3.1 - SOB LUPA BINOCULAR
  - 4.3.2 - NO MICROSCÓPIO POLARIZANTE
- 4.4 - CONTAGEM DOS MINERAIS
  - 4.4.1 - MÉTODO SEMIQUANTITATIVO VISUAL
  - 4.4.2 - MÉTODO SEMIQUANTITATIVO
- 4.5 - MICROTTESTES QUÍMICOS
  - 4.5.1 - TESTE PARA O MANGANÊS
  - 4.5.2 - TESTE PARA O CALCÁRIO
  - 4.5.3 - TESTE PARA O TITÂNIO
- 4.6 - PETROGRAFIA
  - 4.6.1 - CONFECÇÃO DE LÂMINA PETROGRÁFICA
  - 4.6.2 - ANÁLISE DE LÂMINA PETROGRÁFICA



Constitui uma das principais preocupações da EMBRAPA dotar a pesquisa pedológica de uma estrutura interdisciplinar que entre outras atribuições possa conduzir a uma uniformidade nacional de conceitos e critérios de identificação, classificação e interpretação da aptidão agrícola dos solos, e que permita a transferência de conhecimentos e informações entre técnicos de regiões diferentes, através do uso de uma linguagem comum.

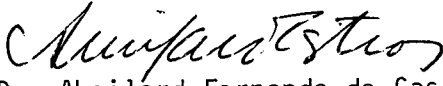
Na área de caracterização de solos e pesquisas correlatas, compete ao SNLCS, entre outras atividades, pesquisar novos métodos de análise, proceder à adequação de métodos analíticos e estudar, permanentemente, técnicas e instrumental de análises.

O lançamento deste MANUAL DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLO vem atender a um dos objetivos dessa preocupação, uma vez que engloba a metodologia em uso no SNLCS, relativa a Física, Química, Fertilidade e Mineralogia do solo. Representa, portanto, um marco de referência para a uniformização dos métodos de análise de solos pelas unidades da EMBRAPA e outras entidades.

A apresentação do MANUAL, em folhas soltas, que difere dos Boletins Técnicos do SNLCS, permite a substituição de métodos ou a introdução de outros desenvolvidos através de novas pesquisas, sem necessidade de novas edições.

O SNLCS espera que a publicação deste MANUAL possa ser útil a todos aqueles que desenvolvem atividades em laboratórios de solos, aos que utilizam os dados para fins de levantamento e interpretação, e aos professores e estudantes que se dedicam à Ciência do Solo.

Vale salientar que alguns métodos apresentados podem ser melhorados ou adaptados através de novas pesquisas e de estudos comparativos, trabalho este já iniciado pelo SNLCS; daí a nossa solicitação em aguardar críticas e sugestões para o aprimoramento sempre constante dessa metodologia.

  
Dr. Abeilard Fernande de Castro  
Chefe do SNLCS

INTRODUÇÃO

INT.

---

O presente MANUAL é apresentado em quatro partes individualizadas: Parte 1 - Física do Solo, Parte 2 - Química do Solo, Parte 3 - Fertilidade do Solo e Parte 4 - Mineralogia do Solo, de modo a facilitar o seu emprego.

Cada método recebeu uma numeração: o primeiro algarismo corresponde à parte a que pertence, o segundo ao método propriamente dito e o terceiro indica outro procedimento relativo ao método, se houver.

Na parte superior da página, entre traços, está colocado o título do método e a sua numeração correspondente, seguindo-se uma letra (U), (O) ou (E) para indicar que o método está sendo utilizado em trabalho usual (U), opcional (O), ou especial (E), quando solicitado para outros fins.

Em cada uma das quatro partes é feita a descrição dos métodos analíticos correspondentes com os detalhes mais importantes para sua utilização, incluindo a expressão para obtenção do resultado. Após a descrição de cada método, segue-se o item OBS, que contém outras informações referentes ao método (alternativas, limitações, cuidados especiais...). Em seguida, quando é o caso, vem o item Preparo de soluções, com a descrição do procedimento a ser usado na preparação dos reativos utilizados no método. Depois, vem o item Referências, com o nome do Autor ou Autores e data de publicação do artigo, constituindo fontes de informação sobre a metodologia descrita, utilização e alternativas. Após a descrição do último método, segue-se a lista de Referências bibliográficas, contendo a referenciação completa dos artigos consultados, em ordem alfabética, por autores. Para encerrar cada Parte vem a Expressão de Resultados, com a listagem dos métodos e indicação da unidade é do número de decimais utilizados pelo SNLCS.

Na elaboração deste MANUAL foram transcritos vários métodos que se encontram publicados em Boletins do SNLCS e introduzidos outros, que já foram empregados por pesquisadores da EMBRAPA, também de comprovada adequação aos nossos solos. Outros foram modificados ou substituídos, entretanto estão citados na bibliografia apresentada como fonte de consulta.

Como referências bibliográficas foram consultadas as seguintes fontes: Boletim Técnico do antigo Instituto de Química Agrícola (IQA) do MA, Boletim Técnico do SNLCS da EMBRAPA, Boletim Técnico dos Institutos de Pes-

quisas Agropecuárias do extinto DNPEA do MA, Anais da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo e Revista Brasileira de Ciência do Solo da SBCS, Revista Pesquisa Agropecuária Brasileira da EMBRAPA, Bragantia do IAC, periódicos como Soil Science, Soil Science Society of America Proceedings, Journal of American Society Agronomy e outros, não se constituindo, portanto uma revisão completa sobre os métodos apresentados.

A coordenação do MANUAL e a equipe responsável pela organização e divulgação sentem-se satisfeitas por concretizar uma necessidade sentida por todos aqueles que trabalham nesse campo de atividade, proporcionando, em um só volume, a metodologia necessária à caracterização analítica de solos nos campos da Física, da Química, da Fertilidade e da Mineralogia.

Torna-se importante salientar que a apresentação dessa metodologia não implica em afirmar-se que os métodos utilizados pelo SNLCS são os melhores e os mais precisos ou adequados a todas as classes de solos, mas que são métodos utilizados com base em pesquisas e experiência acumulada ao longo dos anos por muitos pesquisadores, e que por isto estão sendo divulgados.

PREPARO DA AMOSTRA E CÁLCULO DA TERRA FINA

1.1 (U)

Método manual:

- colocar a amostra depois de protocolada em tabuleiro de madeira de 40 x 60 x 08 cm, espalhar e destorroar com a mão os torrões existentes;
- deixar em local ventilado e seco até completa dessecação ao ar;
- pesar e anotar o peso da amostra que vai ser preparada;
- proceder ao destorroamento colocando a amostra sobre lençol de borracha de 60 x 60 cm e 4 a 5 mm de espessura, separando para um lado a fração grosseira; em seguida, aplicar, com a pressão das duas mãos, um rolo de madeira até desfazer os torrões maiores; ter o cuidado para não quebrar pedras ou concreções;
- passar a parte destorroada através de peneira de 20 cm de diâmetro com furos de 2 mm;
- repetir as operações de destorroamento e peneiramento de toda a amostra;
- separar a fração retida na peneira de 2 mm para determinação de calhaus e cascalhos (método 1.2):
- colocar a terra fina em depósito plástico ou de vidro, com a etiqueta de identificação da amostra e escrever no mesmo, o número do protocolo;
- calcular a percentagem da terra fina pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de Terra fina} = 100 - (\% \text{ de calhaus} + \% \text{ de cascalhos})$$

OBS: os valores da percentagem de calhaus e cascalhos são obtidos na determinação 1.2

Referência: Brasil IQA (1949).

CALHAUS E CASCALHOS

1.2 (U)

Método por peneiramento:

- colocar a fração grosseira proveniente da determinação 1.1 em peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 2 mm;
- lavar com água corrente até eliminar os colóides que ficam agregados; utilizar um dispersante quando essa fração vai ser enviada para análise mineralógica\*;
- colocar para secagem ao ar e pesar; anotar o peso que corresponde à soma dos calhaus + cascalhos;
- passar o material por peneira de 20 mm de malha e pesar a fração que ficou retida; anotar o peso que corresponde aos calhaus;
- calcular as percentagens de calhaus e cascalhos pelas seguintes expressões:

$$\% \text{ de calhaus} = 100 \left( \frac{\text{peso dos calhaus}}{\text{peso da amostra}} \right)$$

$$\% \text{ de cascalhos} = 100 \left[ \frac{(\text{peso dos calhaus} + \text{peso dos cascalhos}) - \text{peso dos calhaus}}{\text{peso total da amostra}} \right]$$

OBS: o peso total da amostra é obtido na determinação 1.1

Lavagem dos calhaus\*

- colocar uma parte da fração homogeneizada em cápsula de porcelana, adicionar água até encobrir os calhaus e adicionar 10 ml de hidróxido de amônio;
- deixar durante uma noite e em seguida lavar bem com água de torneira até eliminar todo o colóide aderente aos mesmos;
- deixar secar ao ar ou em estufa e colocar o material em saco plástico com etiqueta identificadora da amostra.

CALHAUS E CASCALHOS

1.2 (cont.)

---

Lavagem dos cascalhos\*

- colocar uma parte da fração homogeneizada em um litro comum, adicionar mais ou menos 500 ml de água e 10 ml de hidróxido de amônio;
- agitar em agitador rotativo durante algumas horas, até a eliminação total dos colóides aderentes;
- retirar para cápsula de porcelana, lavar com água de torneira, secar e colocar em saco plástico com etiqueta identificadora da amostra.

Referência: Brasil IQA (1949).

## UMIDADE ATUAL

1.3 (U)

Método utilizando a estufa a 105-110°C:

- colocar a amostra coletada, com ou sem estrutura deformada, em lata de alumínio numerada e de peso conhecido;
- pesar e transferir para estufa a 105-110°C, deixando nesta condição durante 24 horas;
- retirar da estufa, colocar em dessecação, deixar esfriar e pesar;
- repetir a secagem na estufa até a obtenção do peso constante;
- calcular a percentagem de umidade segundo as expressões:

(1) % de Umidade =  $100 \frac{\text{peso da amostra úmida} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}$

(2) % de Umidade =  $100 \frac{\text{peso da amostra úmida} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{volume da amostra}}$

(3) % de Umidade = % de umidade (peso) x densidade aparente

OBS: (1) umidade expressa em g/100 g de amostra seca a 105°C;

(2) e (3) umidade expressa em g/100 cm<sup>3</sup> da amostra volumétrica.

Referência: Uhland (1951).

## UMIDADE RESIDUAL E FATOR "f"

1.4 (U)

- colocar 20 g de terra fina em lata de alumínio numerada e de peso conhecido;
- transferir para estufa a 105°C e deixar durante uma noite;
- retirar da estufa, colocar em dessecador, esfriar e pesar com aproximação de 0,05 g;
- calcular a umidade residual e o fator de umidade pelas seguintes expressões:

$$\% \text{ de umidade residual} = (20 - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}) \times 5$$

$$\text{Fator "f"} = 20 / \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}$$

$$\text{Fator "f"} = 100 / (100 - \text{umidade residual } \%)$$

OBS: utilizar a amostra depois de seca a 105°C para a determinação da densidade real, método 1.15.

Referências: Brasil IQA (1949); Paiva Netto et alii (1949).



## UMIDADE A 15 ATMOSFERAS

1.5 (U)

Método utilizando o extrator de Richards com placa de cerâmica:

- colocar 25 a 30 g de terra fina no interior de anéis de borracha de 1 cm de altura e 6 cm de diâmetro, distribuídos sobre placa de cerâmica de 15 bar; a amostra deve estar contida em bēcher e ser derramada de uma sō vez para evitar separação de frações; a placa de cerâmica deve estar previamente saturada durante 24 horas ou mais;
- transferir a placa para bandeja com água destilada e adicionar mais água até que o nível desta fique bem próximo da borda do anel de borracha; deixar as amostras nestas condições até completa saturação, geralmente durante uma noite;
- retirar a placa, eliminar o excesso d'água inclinando-a levemente e colocar no aparelho extrator de Richards;
- apertar bem os parafusos e abrir os reguladores de pressão, gradativamente, até que o manômetro acuse a pressão de 15 bar ou 225 libras /pol<sup>2</sup>;
- deixar por período de 24 horas ou mais, caso se observe que ainda há drenagem proveniente das amostras;
- separar uma quantidade de latas de alumínio numeradas e de peso conhecido igual ao número de amostras;
- descarregar a pressão, retirar as placas e transferir as amostras imediatamente para as latas com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável;
- pesar o mais rapidamente possível, com aproximação de 0,05 g, colocar na estufa, deixar por 24 horas, dessecar, esfriar e pesar novamente;
- calcular a umidade a 15 atmosferas de acordo com a seguinte expressão:  
$$\% \text{ de Umidade a 15 atm} = 100 \left( \frac{\text{peso da amostra a 15 atm.} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}} \right)$$

OBS: este método pode ser utilizado em amostras com estrutura não deformada.

Referências: Richards (1941) (1954); Richards e Weaver (1943); Haise et alii (1955); Oliveira e Martins (1966).

## UMIDADE A 1/10 E/OU 1/3 DE ATMOSFERA

1.6 (U)

Teste de permeabilidade das placas de cerâmica de 1/3 e 15 atmosferas:

- colocar a placa em bandeja com água destilada para saturar durante 24 horas ou mais;
- eliminar o excesso de água existente na superfície e colocar a placa no seu respectivo aparelho;
- aplicar a pressão correspondente a cada placa e recolher o volume de água drenado; depois de alguns minutos, a saída de água deve cessar sem que haja borbulha de ar;
- a permeabilidade da placa deve ser de 1 ml/hora/cm<sup>2</sup>.

Método utilizando a "panela de pressão" com placa de cerâmica:

- colocar 25 a 30 g de terra fina no interior de anéis de borracha de 1 cm de altura e 6 cm de diâmetro distribuídos sobre placa de cerâmica de um bar, saturada;
- saturar as amostras conforme descrito no método 1.5;
- transferir a placa porosa para a "panela de pressão" e aplicar a pressão desejada;
- deixar por 20 a 24 horas, observando, periodicamente, o funcionamento dos drenos;
- descarregar a pressão, retirar as placas e transferir as amostras rapidamente para as latas com o auxílio de espátula de aço inoxidável;
- pesar o mais rapidamente possível, com aproximação de 0,05 g, colocar na estufa, deixar por 24 horas, dessecar, esfriar e pesar novamente;

- calcular a umidade a 1/3 ou 1/10 de atmosfera de acordo com a seguinte expressão:

% de Umidade a 1/3 atm. =  $100 \left( \frac{\text{peso da amostra a } 1/3 \text{ atm.} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}} \right)$

OBS: este método pode ser empregado em amostras com estrutura não deformada.

Referências: Richards (1954); Pierantoni (1973); Righes e Veiga (1976).

## UMIDADE DE MURCHAMENTO (MÉTODO FISIOLÓGICO)

1.7 (E)

Método direto usando uma planta indicadora:

- colocar cerca de 300 g de terra fina em lata com capacidade de 250 ml e compactar ligeiramente através de algumas batidas;
- calcular, em função dos valores do equivalente de umidade ou umidade a 1/3 de atmosfera, a quantidade de água a aplicar como irrigação inicial;
- adicionar essa quantidade, vagarosamente, a fim de se obter um umedecimento uniforme; para solos de textura arenosa, determinar experimentalmente o volume de água a adicionar que não provoque drenagem ou saturação da amostra;
- depois de 24 horas, plantar no centro da superfície do solo uma semente de feijão macassar (Vigna sinensis Endl), previamente tratada com fungicida;
- inicialmente, por meio de pesadas, determinar a quantidade de água evaporada durante 24 horas, sendo esta quantidade repostada, diariamente, em cada lata;
- colocar as amostras em lugar arejado, aí permanecendo até o final da determinação;
- adicionar, diariamente, o volume de água calculado que deverá proporcionar condição de umidade ótima para o desenvolvimento da planta; proceder dessa forma até que a planta apresente 3 pares de folhas permanentes;
- uma vez atingida essa condição, suspender a irrigação e isolar a superfície do solo por meio de uma cartolina parafinada, deixando a haste da planta protegida com um pouco de algodão;
- retornar a planta para o local anterior e aguardar a perda de turgescência do par de folhas superior;
- atingida essa condição, transportar a planta para câmara úmida e deixar durante uma noite;
- se a turgidez foi restabelecida, voltar a planta para o ambiente anterior e aguardar novo murchamento, quando é repetida a operação já descrita;

UMIDADE DE MURCHAMENTO (MÉTODO FISIOLÓGICO)

1.7 (cont.)

---

- se o murchamento persistir, retirar a cartolina e transferir todo o solo para cápsula de porcelana de 500 ml; separar as raízes, homogeneizar a amostra e retirar, aproximadamente 100 g; colocar em lata de alumínio numerada e de peso conhecido e determinar a umidade pelo processo usual (método 1.3);
- guardar o restante da amostra para repetição da umidade e outras determinações.

OBS: a determinação pode ser feita usando o girassol (Helianthus annuus)

Referências: Briggs e Shantz (1912); Oliveira (1959); Slater e Haworth (1961); Sykes (1969).

## EQUIVALENTE DE UMIDADE

1.8 (U)

Método de centrifugação:

- pesar 30 g de terra fina e colocar na cesta da centrífuga contendo esta um papel de filtro sobre a tela;
- nivelar bem a amostra com algumas batidas e colocar as cestas numa bandeja para saturar, durante uma noite;
- após a saturação, colocar as cestas sobre a toalha de feltro para eliminar o excesso de água, durante meia hora;
- transferir as cestas para a centrífuga e, por meio do reostato desta, proceder de modo que a velocidade de 2.440 rpm seja atingida num intervalo de 3 a 5 minutos; manter essa velocidade por mais 30 minutos;
- parar a centrífuga num intervalo de tempo, também de 3 a 5 minutos;
- retirar as cestas e transferir as amostras para latas de alumínio numeradas e de peso conhecido e pesar; levar à estufa e determinar a umidade retida;
- calcular o equivalente de umidade pela seguinte expressão:

% de equivalente de umidade =  $100 \frac{\text{peso da amostra centrifugada} - \text{peso de amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}$ .

ou adotar a seguinte opção:

- pesar 30 g de terra fina e colocar em forma de papel de filtro de 85 x 85 mm, dentro da cesta da centrífuga;
- saturar e centrifugar a amostra conforme foi indicado anteriormente;
- retirar a cesta da centrífuga e pesar o conjunto (peso da cesta + peso da água retida + peso do papel de filtro + umidade retida pelo papel);
- todos os pesos, com exceção da água retida são conhecidos através de determinações prévias;
- calcular o peso da amostra + umidade retida pela seguinte expressão: peso total - (peso da cesta + papel de filtro úmido) = 30 g + umidade retida;

EQUIVALENTE DE UMIDADE 1.8 (cont.)

---

- o peso da amostra (30 g) seca em estufa será: 30/"f";
- calcular o equivalente de umidade pela seguinte expressão:

% de equivalente de umidade =  $100 \left[ \frac{\text{peso (30 g) + água retida} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}} \right]$ .

OBS: Essa determinação é dispensável quando se usa a umidade a 1/10 e 1/3 de atmosfera, sendo útil em caso contrário.

Referências: Briggs e Shantz (1907 a) (1907 b); Thomas e Harris (1926); Work e Lewis (1934); Brasil IQA (1949); Veihmeyer e Hendrickson (1931) (1949); Paiva Netto e De Jorge (1947); Cole e Mathers (1954); Medina e Camargo (1973); Oliveira (1959) - (1960); Vettori (1969); Russell e Richards (1938);

CURVAS CARACTERÍSTICAS DE RETENÇÃO DE UMIDADE

1.9 (E)

---

Método utilizando a terra fina:

- proceder a determinação da umidade retida pela amostra após a aplicação das pressões de 1/10, 1/3 e 1 atmosfera, utilizando o método 1.6;
- proceder a determinação da umidade retida na amostra após a aplicação das pressões de 2,5, 10 e 15 atmosferas, empregando o método 1.5;
- exprimir os resultados em percentagem de peso ou volume e traçar um gráfico, em escala normal (cartesiana) ou semi-logarítmica, colocando na abscissa os valores da tensão em atmosferas e na ordenada as percentagens de umidade respectivas;

OBS: para maior facilidade na interpretação e no uso do gráfico para fins de estudo da água no solo ou irrigação, o teor de umidade deve ser expresso em percentagem de volume do solo.

Referências: Richards (1941) (1949); Grohman e Medina (1962); Winkler e Goedert (1972); Oliveira e Queiroz (1975); Smith, Browning (1947);



CAPACIDADE DE CAMPO (MÉTODO DIRETO)

1.10 (E)

- escolher e preparar o local onde vai ser efetuada a determinação, preferivelmente próximo à trincheira onde o perfil foi descrito;
- introduzir no solo 10 cm de uma grade de ferro galvanizado de 100 x 100 cm e 25 cm de altura (Fig. 1);
- calcular, em função dos valores da umidade atual e da porosidade total, a quantidade de água a ser aplicada para garantir um excesso desta no perfil, até uma profundidade de 120 cm;
- aplicar, parceladamente, a água no interior da grade por meio de depósito de volume conhecido; a fim de evitar erosão e turvação, derramar a água sobre um lençol plástico;
- depois que a água se infiltrar totalmente, cobrir a grade de ferro com um plástico e, acima deste, colocar ramos de árvores (Fig. 1);
- após 24, 48, 72 e 96 horas, coletar amostras por meio de trado, nas profundidades correspondentes aos vários horizontes do perfil ou a profundidades previamente estabelecidas (0-20, 20-40, .....); cada coleta deve ser feita em dois pontos diametralmente opostos e numa distância de 20 a 30 cm da grade;
- colocar cada amostra em lata de alumínio numerada e de peso conhecido e vedar com fita adesiva para evitar evaporação até que sejam enviadas ao laboratório;
- efetuar a determinação da umidade de cada amostra (método 1.3) e exprimir os resultados em % de peso e % de volume;
- calcular a média dos valores obtidos para cada amostragem e preparar uma tabela, colocando na vertical os horizontes e profundidades e na horizontal os tempos de amostragem (24, 48, 72 e 96 h);
- eleger como valor da capacidade de campo, para cada profundidade, aquela que apresentar umidade igual entre dois intervalos de amostragem.

CAPACIDADE DE CAMPO (MÉTODO DIRETO)

1.10 (cont.)

---

OBS: esta determinação não deve ser empregada em solos com impedimentos ao movimento vertical da água no solo.

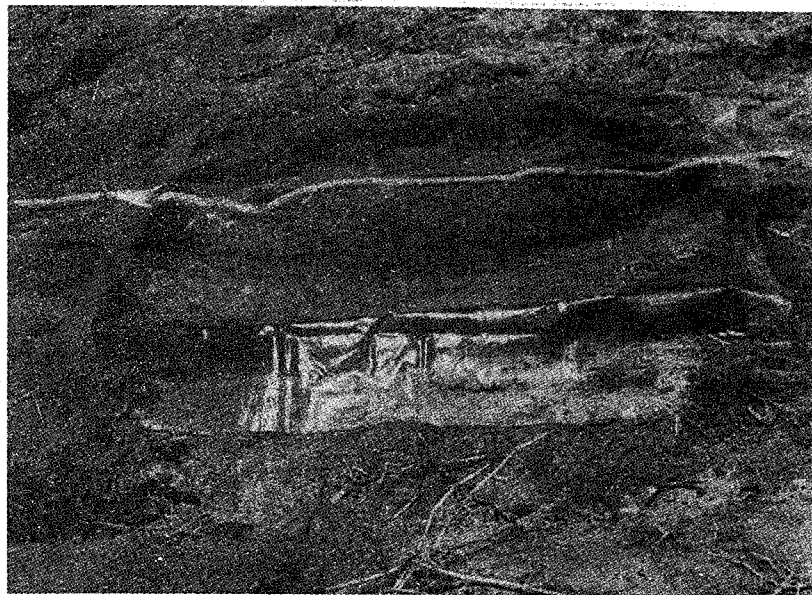
Referências: Thomas e Harris (1926); Veihmeyer e Hendrickson (1931); Work e Lewis (1934); Browning (1941); Colman (1944) (1947); Cole e Mathers (1954); Haise et alii (1955) Oliveira (1960) (1963); Righes e Veiga (1976); Oliveira e Melo (1971); Fernandes e Sykes (1968).

CAPACIDADE DE CAMPO (MÉTODO DIRETO)

Fig. 1  
1.10 (cont.)



Instalação da grade de ferro.



Área depois de saturada, coberta com plástico.

DENSIDADE APARENTE

1.11

MÉTODO DO ANEL VOLUMÉTRICO

1.11.1 (U)

- determinar ou anotar o volume do anel ou cilindro que contém a amostra;
- pesar o conjunto e anotar o peso, ou transferir a amostra para lata de alumínio numerada e de peso conhecido, e pesar;
- colocar na estufa e, após 24 e 48 horas, retirar, deixar esfriar e pesar;
- calcular a densidade aparente da amostra pela seguinte expressão:

Densidade aparente ( $\text{g/cm}^3$ ) = peso da amostra seca a  $105^\circ\text{C}$  / volume do anel ou cilindro.

OBS: verificar, após a retirada da amostra do anel volumétrico, a eficiência da amostragem e registrar, se for o caso, a presença do enrugamento na periferia da amostra, presença de raízes ou canais.

Referências: Uhland (1949) (1951); Archer e Smith (1972); Oliveira (1961); Miller (1966).

DENSIDADE APARENTE  
MÉTODO DA PROVETA

1.11  
1.11.2 (E)

- pesar uma proveta de 100 ml, com aproximação de 0,5 a 1 g;
- encher a proveta com terra fina conforme descrito a seguir: colocar, de cada vez, aproximadamente 35 ml, contidos em bēcher de 50 ml, deixando cair de uma sō vez e em seguida compactar a terra fina batendo a proveta 10 vezes sobre lençol de borracha de 5 mm de espessura, com distância de queda de mais ou menos 10 cm; repetir esta operação por mais duas vezes, até que o nível da amostra fique nivelado com o traço do aferimento da proveta;
- pesar a proveta com a amostra e calcular a densidade aparente pela seguinte expressão:

Densidade aparente ( $\text{g/cm}^3$ ) = peso da amostra seca a 105°C / volume do anel ou cilindro.

OBS: esta determinação exprime a relação massa/volume da terra fina, sendo seus resultados comparáveis com os obtidos pelo método do anel, apenas para solos arenosos, não sendo recomendáveis para solos argilosos ou estruturados.

Referência: Brasil IQA (1949).

| Parte I - Análises físicas | Método 1.11 |
|----------------------------|-------------|
| DENSIDADE APARENTE         | 1.11        |
| MÉTODO DO TORRÃO           | 1.11.3 (0)  |

- pesar o torrão depois de deixado secar ao ar ou, se possível, com a condição de umidade com que foi coletado;
- colocar o mesmo numa cápsula de petri numerada para identificação da amostra;
- mergulhar o torrão em parafina fundida (60°C), até que se obtenha uma perfeita impermeabilização;
- pesar o torrão depois de parafinado e esfriado;
- aferir o volume de um bēcher de 100 ml que possa conter o torrão, colocando o mesmo sobre um suporte e deixando cair álcool etílico de uma bureta de 50 ou 100 ml, até que se observe o transbordamento pelo bico do bēcher; anotar o volume; esse aferimento deve ser feito com 3 repetições; considerar a média dos volumes obtidos;
- transferir o torrão para o bēcher e adicionar o álcool etílico até o transbordamento do bēcher; anotar o volume;
- retirar o torrão, partir com uma faca e transferir uma parte deste, sem parafina, para uma lata de alumínio para determinação da umidade (método 1.3);
- calcular o peso correspondente do torrão utilizado, seco a 105°C, em função da percentagem de umidade obtida na subamostra, pela seguinte expressão:

$$\text{peso do torrão seco a } 105^{\circ}\text{C} = \text{peso do torrão seco ao ar} / \left[ 1 + \left( \frac{\% \text{ da umidade da subamostra}}{100} \right) \right]$$

- calcular o volume da parafina empregada pela expressão:

$$\text{volume da parafina} = \text{peso da parafina} / 0,90$$

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte 1 - Análises físicas

Método 1.11

DENSIDADE APARENTE

1.11

MÉTODO DO TORRÃO

1.11.3 (cont.)

- calcular o volume do torrão em função dos seguintes dados:

$$\text{volume do torrão} = [(\text{volume do bēcher} - \text{ml gastos}) - \text{volume da parafina}]$$

- calcular a densidade aparente pela seguinte expressão:

$$\text{Densidade aparente (g/cm}^3\text{)} = \text{peso do torrão seco a } 105^{\circ}\text{C} / \text{volume do torrão.}$$

OBS: a parafina pode ser substituída pela resina SARAN F.310, dissolvida em metil-etil-cetona, na proporção variável de 1:4 a 1:8, dependendo dessa concentração da porosidade do torrão.

Referências: Arena (1945); Brasher et alii (1966); Franzmeyer et alii (1977), Black (1965).

DENSIDADE APARENTE  
MÉTODO DA ESCAVAÇÃO1.11  
1.11.4 (E)Opção 1 - utilizando areia:

- preparar a areia a ser utilizada, uniformizando a sua granulometria, passando em peneira de 1,00 mm e recebendo em peneira 0,2 mm; lavar bem, secar em estufa, esfriar e armazenar em vidros ou depósitos plásticos em quantidades definidas de peso que serão anotados em cada um;
- determinar a relação peso/volume da areia, deixando cair esta em um funil até encher um determinado recipiente de volume conhecido; determinar o peso da areia utilizado; repetir essa operação com volumes diferentes até se obter uma curva;
- escolher e nivelar a superfície do local onde vai ser feita a determinação;
- marcar uma área de 10 x 10 cm ou maior e proceder a escavação até uma profundidade de 10 a 12 cm, colocando o material removido em saco plástico;
- pesar o total do material e, depois de homogeneizar, retirar uma subamostra (100 g), colocar em lata de alumínio, fechar com durex e enviar para o laboratório para determinar a umidade;
- encher a escavação com a areia utilizando o mesmo funil empregado na determinação de equivalência peso/volume, evitando compactação e nivelar a superfície da areia;
- determinar o peso da areia empregado, por diferença entre o total contido no depósito e o peso da que restou, com aproximação de 0,5 g;
- retirar a areia da escavação e colocar em novos depósitos para outra determinação;
- calcular o peso da amostra seca a 105°C em função do teor de umidade da subamostra, pela seguinte expressão:

peso da amostra seca em estufa = peso da amostra total úmida / [(1 + % de umidade na subamostra/100)].



|                            |                |
|----------------------------|----------------|
| Parte 1 - Análises físicas | Método 1.11    |
| DENSIDADE APARENTE         | 1.11           |
| MÉTODO DA ESCAVAÇÃO        | 1.11.4 (cont.) |

- calcular o volume da escavação em função do peso de areia empregado;
- determinar a densidade aparente pela seguinte expressão:

Densidade aparente ( $\text{g/cm}^3$ ) = peso total da amostra seca a 105°C/volume da escavação.

OBS: pode ser usado o "Sand-Funnel Apparatus" ou o "Frasco de areia" (DNER DPT M 92-64). Catálogo "Solotest" - Aparelhos para Mecânica do Solo Ltda. 5a. Ed.

Opção 2 - utilizando água:

- proceder a uma escavação no terreno de modo que possa ser adaptado um balão feito de borracha muito fina;
- colocar o balão no interior da escavação e adicionar água de uma proveta até que esta fique bem nivelada com o terreno;
- determinar o volume de água empregado, com aproximação de  $2 \text{ cm}^3$ ;
- determinar o peso total do material retirado da escavação e o teor de umidade em uma subamostra de modo similar a do método da areia;
- calcular a densidade aparente, também conforme foi indicado anteriormente.

OBS: este método pode ser utilizado com o "Rubber-Balloon Apparatus" que apresenta maiores facilidades na determinação.

Referência: Blake (1965).

DENSIDADE REAL

1.12 (U)

Método do balão volumétrico

- pesar 20 g de terra fina, colocar em lata de alumínio de peso conhecido, levar à estufa, deixar por 6 a 12 horas, dessecar e pesar, a fim de se obter o peso da amostra seca a 105°C;
- transferir a amostra para balão aferido de 50 ml, usando um funil e um pincel de cabelo;
- adicionar álcool etílico de bureta de 50 ml, agitando bem o balão para eliminar as bolhas de ar que se formam;
- prosseguir com a operação vagarosamente, até ausência de bolhas e completar o volume do balão;
- anotar o volume de álcool gasto;

Densidade real ( $\text{g/cm}^3$ ) = peso da amostra seca a 105°C / (50 - volume de álcool gasto)

OBS: esta determinação pode ser feita em continuação à da umidade residual (método 1.4), utilizando a amostra depois de seca em estufa.

A densidade real pode ser calculada em função dos valores da umidade residual (método 1.4) e do volume de álcool gasto na determinação citada (1.15).

Referências: Brasil IQA (1949); Donahue (1952).

POROSIDADE TOTAL E ESPAÇO AÉREO

1.13 (U)

- calcular a porosidade total utilizando uma das expressões:

$$\text{Porosidade total} = 100 (\text{densidade real} - \text{densidade aparente}) / \text{densidade real} \quad (1)$$

$$\text{Porosidade total} = (\% \text{ de microporosidade} + \% \text{ de macroporosidade}) \quad (2)$$

$$\text{Porosidade total} = \text{Percentagem de saturação em volume} \quad (3)$$

OBS: a porosidade total só deve ser empregada com valores da densidade aparente obtidos em amostras com estrutura não deformada; a percentagem de saturação a que se refere a expressão (3) é obtida em amostras também com estrutura não deformada (método 1.24.2); seu resultado é expresso em % volume;

- o espaço aéreo é calculado através da seguinte expressão:

$$\text{Espaço aéreo} = \text{Porosidade total} - \text{umidade atual em \% volume}$$

OBS: o espaço aéreo também é denominado de porosidade de aeração e seu resultado é expresso em % de volume.

Referências: Donahue (1952); Vomocil (1965); Oliveira et alii (1968a) (1968b); Forshyte (1975).

## MICROPOROSIDADE

1.14 (E)

Método da "mesa de tensão", com o emprego de amostras com estrutura não deformada:

- preparar inicialmente a "mesa de tensão" conforme descrito a seguir:

colocar água no frasco de nível E (ver desenho da "mesa" - Fig. 1); retirar a mangueira G do frasco E e elevar esta acima do nível da base da mesa; adicionar água, gradativamente, até que haja um excesso desta acima da base; colocar a tela no lugar e mais água na mangueira G até que a tela fique totalmente molhada; colocar duas folhas de mataborrão sobre a tela e continuar adicionando água até que fiquem saturadas; em seguida, colocar a mangueira G no vidro E e este acima da mesa, deixando assim durante 2 ou mais horas, antes de aplicar a tensão; para se obter um bom funcionamento da "mesa" é necessário que a água e o ar sejam totalmente eliminados da superfície do mataborrão; isto é conseguido passando-se um cilindro de madeira sobre o mataborrão, do centro para as bordas; em seguida colocar a mangueira no frasco E e baixar este, para uma posição abaixo 60 cm da base; adicionar água sobre o mataborrão, cujo fluxo desce pelo orifício da "mesa" e pela mangueira G, carregando o ar existente; elevar e baixar o frasco E várias vezes até se obter total eliminação do ar existente no sistema; isto conseguido, a "mesa" está em condições de ser usada;

- proceder ao teste de eficiência da "mesa" colocando um volume de água conhecido (100 ml, por exemplo) sobre o mataborrão, e recolher a água drenada, que deve ser igual à quantidade adicionada;
- colocar, sobre o mataborrão, os cilindros contendo as amostras depois de saturadas e pesadas, conforme descrito no método 1.24.2; colocar cepos de madeira para garantir melhor aderência da amostra no mataborrão, bem como para evitar a evaporação;
- retirar os cilindros dos seus respectivos lugares e, depois de 6 e 12 horas, pesar, repetindo a operação por mais tempo caso não se obtenha constância de pesada;

## MICROPOROSIDADE

1.14 (cont.)

- em seguida retirar o anel, o pano e a borracha e colocar o cilindro em placa de petri, pesar e transferir para a estufa;
- após 24 e 48 horas, pesar e determinar o peso do bloco do solo seco a 105°C;
- calcular a microporosidade pela seguinte expressão:

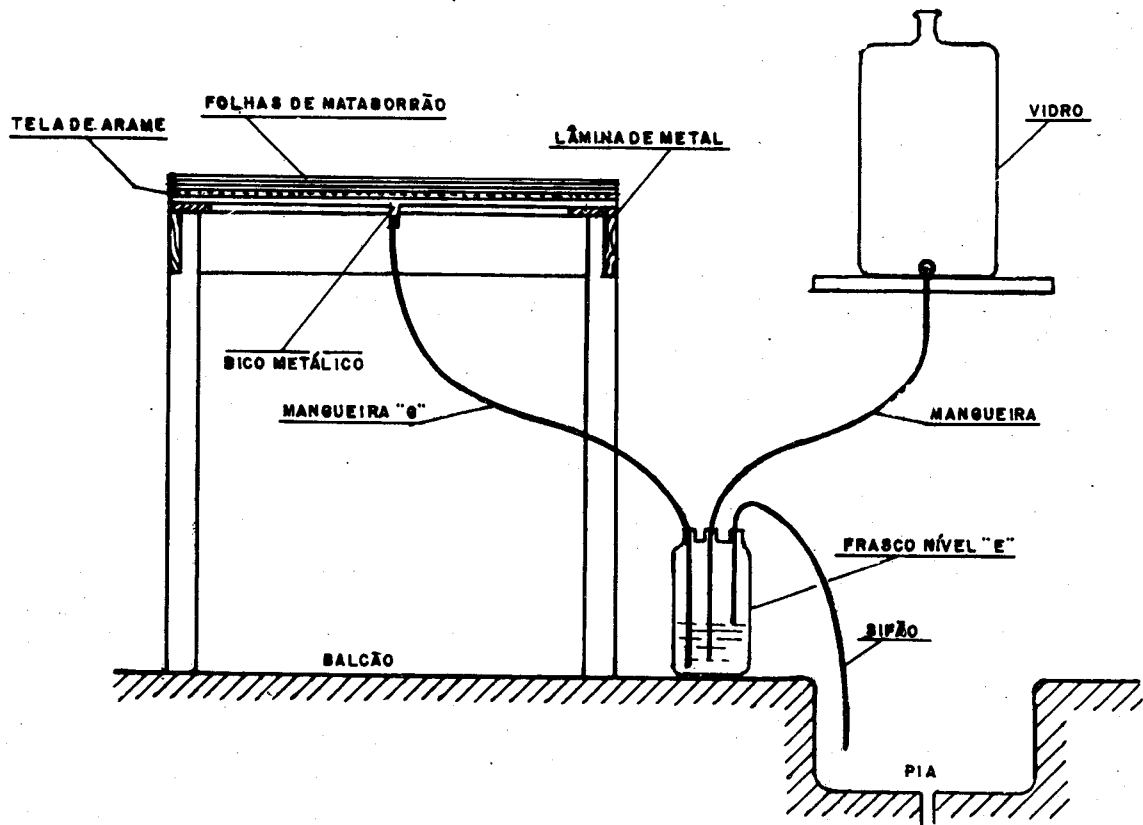
% de microporosidade =  $100 \frac{(\text{peso da amostra 60 cm de tensão} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C})}{\text{volume do cilindro}}$ .

ou para o cilindro de UHLAND ( $V = 347,5 \text{ cm}^3$ ):

% de microporosidade =  $(\text{peso da amostra 60 cm de tensão} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}) \cdot 0,288$ .

Referências: Nelson e Baver (1940); Uhland (1949); Oliveira (1963) (1968 a);  
Leamer e Shaw (1941)

DESENHO EM CORTE DO APARELHO "MESA DE TENSÃO"  
(SEGUNDO LEAMER & SHAW 1941).



MACROPOROSIDADE

1.15 (E)

---

- calcular a macroporosidade em função dos valores da percentagem de saturação (método 1.24.2) e da microporosidade (método 1.14), obtidos na mesma amostra de acordo com as seguintes expressões :

Macroporosidade = Percentagem de saturação - microporosidade ou:

Macroporosidade = Porosidade total - microporosidade

Referência: Oliveira (1963) (1968a).

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA

1.16

1.16.1(0)

- colocar 20 g de terra fina em copo plástico de 250 ml;
- adicionar 100 ml de água destilada e 10 ml de solução normal de hidróxido de sódio, ou 10 ml de hexametáfosfato de sódio, tamponada com carbonato de sódio;
- agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio;
- transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico "stirrer" com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300 ml;
- colocar o copo no agitador e proceder à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos;
- passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 (nº 270), colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000 ml ou um cilindro de sedimentação (Koettgen ou outro) ;
- lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias;
- completar o volume do cilindro até o aferimento com o auxílio de uma pisseta;
- agitar a suspensão durante dois minutos com um bastão, tendo este, na sua extremidade inferior, uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta;
- marcar o tempo após concluir a agitação;
- preparar a prova em branco colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 ml contendo água destilada, completar o volume, agitar durante dois minutos e marcar o tempo;
- medir a temperatura da prova em branco e da amostra e verificar na Tabela 2 o tempo de sedimentação da fração argila para 5 cm de profundidade;



---

**ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA**

---

1.16

1.16.1 (cont.)

- calculado o tempo, introduzir uma pipeta de 50 ml, colocada em pipeta dor automático de borracha, até à profundidade de 5 cm, e coletar a suspensão;
- transferir para cápsula de porcelana, ou bēcher numerado e de peso conhecido, juntamente com a porção proveniente da lavagem da pipeta;
- repetir esta operação para a prova em branco ;
- colocar a cápsula na estufa e deixar durante uma noite ou até evaporar completamente a suspensão;
- retirar da estufa, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,0001 g concluindo assim a determinação da argila e do resíduo da prova em branco;
- completar a lavagem da areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água de torneira;
- transferir a fração areia para lata de alumínio numerada e de peso conhecido, eliminar o excesso de água e em seguida colocar na estufa;
- após secagem (3 a 5 horas são suficientes) deixar esfriar e pesar, com aproximação de 0,05 g, obtendo-se assim o peso da areia grossa + areia fina;
- transferir essa fração para peneira de 20 cm de diâmetro e malha 0,2 mm (nº 70), colocada sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro, e proceder à separação da areia grossa;
- transferir a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar;
- colocar as duas frações de areia separadamente em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitadas);
- calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA1.16  
1.16.1 (cont.)

% de argila =  $\frac{[(\text{peso da argila} + \text{dispersante}) - \text{peso do dispersante}]}{100} \times "f"$

% de areia fina =  $\text{peso da areia fina} \times 5 \times "f"$

% de areia grossa =  $\frac{[(\text{peso da areia fina} + \text{peso da areia grossa}) - \text{peso da areia fina}]}{100} \times "f"$

% de silte =  $100 - (\% \text{ de argila} + \% \text{ de areia fina} + \% \text{ de areia grossa})$

OBS: este método é utilizado para solos normais.

Para solos calcários:

utilizar o hexametáfosfato de sódio tamponado com o carbonato de sódio; no caso de se utilizar o hidróxido de sódio, proceder ao tratamento prévio da amostra com ácido clorídrico, conforme técnica descrita a seguir:

- colocar 50 g de terra fina em cápsula de porcelana e adicionar, pouco a pouco, solução de ácido clorídrico a 10%, agitando a amostra com um bastão de vidro;
- suspender a adição do ácido quando já não se observar a efervescência, cobrir com vidro de relógio e deixar em repouso uma noite;
- em seguida, adicionar mais um pouco do ácido e verificar a ausência de efervescência;
- transferir a amostra para funil de vidro contendo um papel de filtro;
- lavar a amostra com água destilada até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de cloretos pelo nitrato de prata;

---

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA

---

1.16  
1.16.1 (cont.)

- colocar o papel de filtro com a amostra numa bandeja para secar ao ar;
- homogeneizar a amostra e em seguida pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

Para solos calcários e com sais solúveis:

- proceder da mesma forma indicada para solos calcários, aplicando o tratamento prévio da amostra segundo metodologia já descrita.

Para solos salinos:

- proceder da mesma forma indicada para solos normais, empregando-se o hexa metafosfato de sódio.

No caso de a quantidade e a natureza dos sais prejudicarem a ação do dispersante, efetuar o tratamento prévio da amostra conforme indicado a seguir:

- colocar 50 g de terra fina em funil de vidro contendo papel de filtro e adicionar álcool etílico a 60%, só colocando nova quantidade depois de esgotada a anterior;
- continuar a lavagem até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de cloretos pelo nitrato de prata;
- colocar o papel de filtro com a amostra e deixar secar ao ar;
- homogeneizar a amostra e depois pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA

1.16

1.16.1 (cont.)

Para solos ricos em matéria orgânica (teores de matéria orgânica maior que 5%):

- empregar a mesma metodologia indicada para solos normais, com hidróxido de sódio na amostra depois de tratada com água oxigenada, segundo técnica descrita a seguir:
- colocar 50 g de terra fina em cápsula de porcelana, adicionar um pouco de água destilada e porções sucessivas de água oxigenada a 30 volumes (5 a 10 ml);
- agitar com bastão de vidro e verificar a reação efervescente;
- suspender a adição da água oxigenada, cobrir a cápsula com vidro de relógio e deixar em repouso durante uma noite;
- repetir a operação até o total desaparecimento da reação;
- colocar a cápsula para secar em estufa a 50 - 60°C e depois adicionar uma última quantidade de água oxigenada (5 ml);
- passar a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro e lavar várias vezes com água destilada (3 a 5 vezes);
- secar a amostra ao ar, homogeneizar e pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

Preparo de soluções:

- soluções de NaOH N: pesar 80 g do NaOH e dissolver em água destilada, completando o volume para 2 litros;
- solução de hexametáfosfato de sódio: pesar 35,7 g do hexametáfosfato ou calgon, dissolver em água contida em balão de 1 litro, adicionar 7,94 g do carbonato de sódio anidro e completar o volume;
- álcool a 60%: diluir 600 ml de álcool etílico 98° GL em água destilada até completar 1 litro; aferir a solução com um alcoômetro;

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DA PIPETA

1.16

1.16.1 (cont.)

- água oxigenada a 30 volumes: obtida diretamente no comércio.
- solução de HCl a 10%: dissolver 100 ml de HCl concentrado em água destilada e completar o volume para 1 litro.

Referências: Kilmer e Alexander (1949); Bergoglio (1959a) (1959b); Medina e Grohman (1962); Tyner (1963); Oliveira (1966a); Grohman e Van Haij (1974); Grohman (1976); Richards (1954).

Tabela para o cálculo do tempo de sedimentação da argila (fração menor que 0,002 mm de diâmetro), em suspensão aquosa, para uma profundidade de 5 cm, a diversas temperaturas.

| Temperatura<br>°C | Tempo  | Temperatura<br>°C | Tempo  |
|-------------------|--------|-------------------|--------|
| 10                | 5h 11' | 23                | 3h 43' |
| 11                | 5h 03' | 24                | 3h 38' |
| 12                | 4h 55' | 25                | 3h 33' |
| 13                | 4h 47' | 26                | 3h 28' |
| 14                | 4h 39' | 27                | 3h 24' |
| 15                | 4h 33' | 28                | 3h 19' |
| 16                | 4h 26' | 29                | 3h 15' |
| 17                | 4h 20' | 30                | 3h 10' |
| 18                | 4h 12' | 31                | 3h 07' |
| 19                | 4h 06' | 32                | 3h 03' |
| 20                | 4h 00' | 33                | 2h 58' |
| 21                | 3h 54' | 34                | 2h 55' |
| 22                | 3h 48' | 35                | 2h 52' |

OBS: Calculada pela Lei de Stokes, considerando a densidade de partícula (real) igual a 2,65.

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)  
MÉTODO DO DENSÍMETRO

1.16

1.16.2 (U)

(segundo VETTORI e PIERANTONI, com algumas modificações):

- colocar 50 g de terra fina em copo plástico de 250 ml;
- adicionar 100 ml de água destilada e 25 ml de solução normal de hidróxido de sódio ou 25 ml de solução de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio;
- agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio;
- transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico "stirrer", com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300 ml;
- colocar o copo no agitador e proceder a agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos;
- passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 mm, colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000 ml ou um cilindro de sedimentação;
- lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias; completar o volume da proveta até o aferimento com o auxílio de uma pisseta;
- agitar a suspensão durante dois minutos com um bastão, tendo na sua extremidade inferior uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta;
- marcar o tempo após concluir a agitação;
- preparar a prova em branco colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 ml no cilindro contendo água destilada, completar o volume, agitar durante dois minutos e marcar o tempo;
- medir a temperatura da amostra e da prova em branco e anotar;

|  |                |
|--|----------------|
| ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL) | 1.16           |
| MÉTODO DO DENSÍMETRO                     | 1.16.2 (cont.) |

- após 90 minutos de sedimentação, transferir o volume da suspensão que fica nos cinco primeiros centímetros abaixo do traço do aferimento para copo plástico de 300 ml; essa operação pode ser feita por sifonamento, pela torneira do cilindro de Koettgen ou pelo tubo plástico do cilindro de sedimentação construído para esse fim;
  - passar o conteúdo para proveta de 250 ml e em seguida agitar;
  - introduzir o densímetro e efetuar a leitura com aproximação de 0,25;
  - se houver dificuldade na leitura do densímetro, colocar 2 a 3 gotas de solução de fenolftaleína junto à haste deste;
  - proceder à leitura da prova em branco e anotar;
  - completar a lavagem da areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água de torneira;
  - transferir a fração areia para a lata de alumínio numerada e de peso conhecido, eliminar o excesso de água e em seguida colocar na estufa;
  - após secagem (3 a 5 horas são suficientes), deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,05 g, obtendo-se assim o peso da areia grossa + areia fina;
  - transferir essa fração para peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,2 mm (nº 70), colocada sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro e proceder à separação da areia grossa;
  - transferir a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar;
  - colocar as duas frações de areia, separadamente, em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitada);
  - calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões :
- % de argila = (leitura densímetro + leitura da prova em branco) x 2 x "f"
- % de areia fina = peso da areia fina x 2 x "f"

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (DISPERSÃO TOTAL)

1.16

MÉTODO DO DENSÍMETRO

1.16.2 (cont.)

---

% de areia grossa =  $\frac{[(\text{peso da areia fina} + \text{peso da areia grossa}) - \text{peso da areia fina}]}{\text{peso da areia fina}} \times 2 \times "f"$

% de silte =  $100 - (\% \text{ de argila} + \% \text{ de areia fina} + \% \text{ de areia grossa})$

OBS: esse método é indicado para solos que não apresentem problemas de dispersão com hidróxido de sódio.

Referências: Ranzani (1959); Vettori e Pierantoni (1968); Vettori (1969); Forsythe (1975).



ARGILA DISPERSA EM ÁGUA  
MÉTODO DA PIPETA

1.17  
1.17.1 (0)

- colocar 20 g de terra fina em copo plástico de 250 ml;
- adicionar 100 ml de água destilada e deixar em renouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio;
- transferir o conteúdo para o copo metálico do agitador, proceder à agitação, passar o material através de peneira de 0,053 mm de malha, lavar as areias, completar o volume para 1.000 ml, agitar a suspensão por dois minutos, medir a temperatura, determinar o tempo de sedimentação, pipetar 50 ml a 5 cm de profundidade, evaporar, dessecar, esfriar e pesar a fração argila conforme técnica indicada no método 1.16.1;
- abandonar as areias;
- calcular a percentagem de argila dispersa em água pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de argila} = \text{peso da argila} \times 100 \times "f"$$

03S: essa argila também é denominada de argila natural e é utilizada para o cálculo do grau de floculação da amostra.

Referência: Brasil IQA (1949).

---

ARGILA DISPERSA EM ÁGUA

1.17

MÉTODO DO DENSÍMETRO

1.17.2 (U)

---

- colocar 50 g de terra fina em copo plástico de 250 ml;
- adicionar 125 ml de água destilada, agitar com bastão de vidro, deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.
- transferir o conteúdo para o copo metálico do agitador, proceder à agitação, passar o material através da peneira de 0,053 mm, lavar as areias, completar o volume para 1.000 ml, agitar a suspensão por dois minutos, sifonar a suspensão após 90 minutos, medir a temperatura e efetuar a leitura do densímetro conforme procedimentos indicados no método 1.16.2;
- paralelamente, efetuar uma prova em branco e medir a temperatura e leitura do densímetro;
- abandonar as areias;
- calcular a percentagem de argila dispersa em água pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de argila} = (\text{leitura da amostra} + \text{leitura da prova em branco}) \times 2 \times "f"$$

Referências: Vettori ( 1969 ) , Vettori e Pierantoni (1968).

GRAUS DE FLOCULAÇÃO E DISPERSÃO

1.18 (U)

- Grau de floculação: calcular em função das percentagens de argila total e argila dispersa em água, de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{Grau de floculação} = 100 (\text{argila total} - \text{argila dispersa em água}) / \text{argila total}$$

- Grau de dispersão: utilizar a seguinte expressão:

$$\text{Grau de dispersão} = 100 - \text{grau de floculação}$$

Referência: Vettori (1969).

CLASSIFICAÇÃO TEXTURAL

1.19 (U)

---

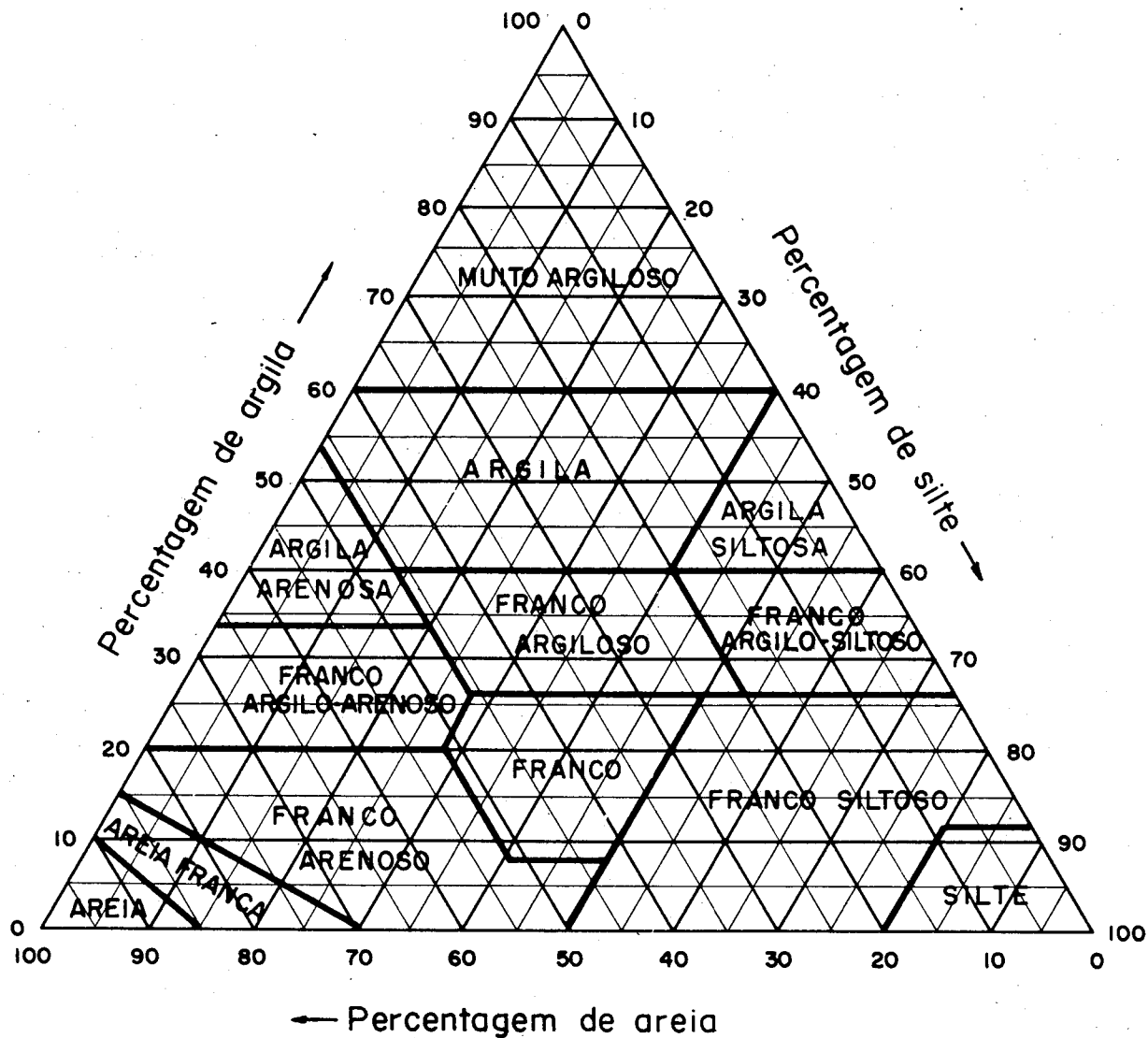
Determinada segundo o triângulo de classificação empregado pelo U.S. Department of Agriculture, adotado pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo .

- anotar os valores da argila total e do silte ou da soma das duas areias obtidos na análise granulométrica ( métodos 1.16.1 ou 1.16.2);
  
- utilizar o processo gráfico verificando o ponto de interseção das linhas correspondentes às percentagens de argila (esquerda do triângulo) e silte (direita);
  
- anotar o nome da classe de textura que inclui esse ponto de interseção;

Desenho do triângulo de classificação na página seguinte. (Fig. 1)

Referências: E.U.A. (1951); Soc. Bras. Ciên. do Solo (1947).

CLASSES TEXTURAIS DO SOLO — Triângulo Americano  
U.S. DEPT. AGRICULTURE



NOME :

Areia grossa

Areia fina

Silte

Argila

LIMITES :

2,00 — 0,2 mm

0,20 — 0,05 mm

0,05 — 0,002 mm

menor que 0,002 mm

RELAÇÃO SILTE/ARGILA

1.20 (U)

---

- calcular essa relação em função dos valores da argila total e do silte obtidos pelos métodos 1.16.1 ou 1.16.2

% de silte / % de argila

Referência: Vettori (1969).

|   |             |
|---|-------------|
| Parte I - Análises físicas                | Método 1.21 |
| CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA                  | 1.21        |
| MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO A TERRA FINA | 1.21.1 (E)  |

- preparar um conjunto de tubos de ensaio numerados, de 200 mm x 29 mm, tendo um orifício de mais ou menos 6 mm no fundo; colocar em suporte de madeira ( ver Fig. 1)
- marcar cada tubo com lápis de cera numa distância de 10 cm da sua extremidade; em seguida, colocar no fundo do tubo gase de aproximadamente 1,5 cm de diâmetro e, logo acima dela, uma porção de areia grossa lavada, formando uma camada de 1 cm de espessura;
- colocar a terra fina em cada tubo com o auxílio de uma medida de plástico de mais ou menos 100 ml, que contenha, aproximadamente, 60 a 80 g da amostra, até um nível acima da marca do tubo; esta operação deve ser feita com cuidado para que os agregados maiores não se separem dos menores;
- proceder a compactação da amostra deixando cair o tubo sobre uma lâmina de borracha durante 10 vezes seguidas, de uma altura de 5 cm; após essa operação, o nível da amostra deve ficar próximo ao da marca do tubo;
- colocar, em seguida, outra camada de areia grossa lavada sobre a amostra, de 1 cm de espessura;
- abaixo de cada tubo colocar um depósito plástico de 250 ml para receber o percolado;
- utilizar erlenmeyer de 50 ml, de boca estreita, para a aplicação da água ou outro processo para manter o nível da água constante no tubo;
- encher cada erlenmeyer e colocar próximo aos tubos;
- adicionar água ao tubo até próximo da borda e em seguida, colocar o erlenmeyer cheio; esta última operação é repetida toda vez que a água do erlenmeyer é consumida.
- observar e anotar o momento em que cada tubo iniciou a percolação;

## CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA

1.21

## MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO A TERRA FINA

1.21.1 (cont.)

- medir por meio de uma proveta o volume percolado por cada tubo, nos tempos 1,2,3,4,5,6 e 7 horas e anotar;
- calcular o valor da condutividade hidráulica através da equação de Darcy, considerando os seguintes valores :

Q = volume do percolado em ml, ou seja, o valor correspondente à última leitura se houver pequena diferença entre as duas leituras anteriores ou a média das duas últimas leituras se houver alguma variação;

L = altura da camada da amostra em cm, medida com régua;

H = altura da camada da amostra + altura da camada de água em cm, medida com régua, da base da coluna de terra à boca do erlenmeyer;

A = área do tubo expressa em  $\text{cm}^2$  ;

t = tempo em horas;

- aplicar a equação :

$$K = Q \times L / A \times H \times t \text{ (cm/h)}$$

OBS: o valor da condutividade hidráulica pode ser expresso também em cm/seg ou pol/h.

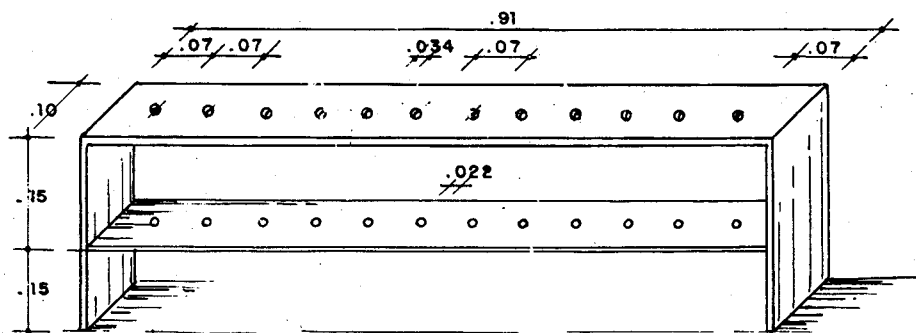
Referências: Baver (1938); Christiansen (1944); Fireman (1944); Smith et alii (1944); Richards (1954); De La Rubia e Blasco (1956).



CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA  
MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO A TERRA FINA

Fig. 1  
1.21.1 (cont.)

SUPOORTE PARA A DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA NA TERRA FINA



CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA  
MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA  
NÃO DEFORMADA

1.21.2 (E)

- preparar a amostra nivelando as duas superfícies do bloco do solo e colocar um pano na sua extremidade inferior, prendendo este com uma borracha;
- colocar na parte superior do cilindro um anel de uma polegada de altura e do mesmo diâmetro do cilindro; passar uma fita durex larga para fixá-lo e evitar a saída da água a ser aplicada;
- transferir o conjunto para suporte do permeâmetro (ver figura 1); este é composto de uma peça de madeira com furos, onde são colocados funis de vidro de 9 cm de diâmetro de boca; acima dos funis, são postos telas de arame para receberem os cilindros com as amostras; sobre esta peça é colocado outro suporte de madeira, com furos, para receber os vidros de 1 a 3 litros de capacidade, que vão alimentar os cilindros com água durante a determinação; o percolado é coletado em copos plásticos de 500 ml;
- uma vez colocados os cilindros sobre a tela, encher os vidros com água e colocar no suporte, ajustando o nível destes de modo que fique bem próximo da borda do anel;
- observar e anotar o momento do início da percolação de cada cilindro;
- medir, por meio de provetas, o volume percolado após 1,2,3,4,5,6 e 7 horas;
- calcular o valor do coeficiente de permeabilidade ou condutividade hidráulica empregando a equação de DARCY ;

$$K = Q \times L / A \times H \times t \text{ (cm/h)}$$

sendo:

Q = volume do percolado em ml, ou seja, o valor da última leitura quando não há variação entre os valores anteriores, ou a média das duas leituras quando há alguma variação;

L = altura do bloco do solo em cm (7,62 cm);

H = altura do bloco do solo e da coluna de água em cm (10,16 cm);

A = área do cilindro em cm<sup>2</sup> (45,60 cm<sup>2</sup>);

t = tempo em horas

|   |                |
|---|----------------|
| CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA  | 1.21           |
| MÉTODO DE LABORATÓRIO USANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA NÃO DEFORMADA | 1.21.2 (cont.) |

OBS: como os valores de L, H e A são constantes, para o cilindro de UHLAND o valor de K pode ser obtido pelas seguintes expressões:

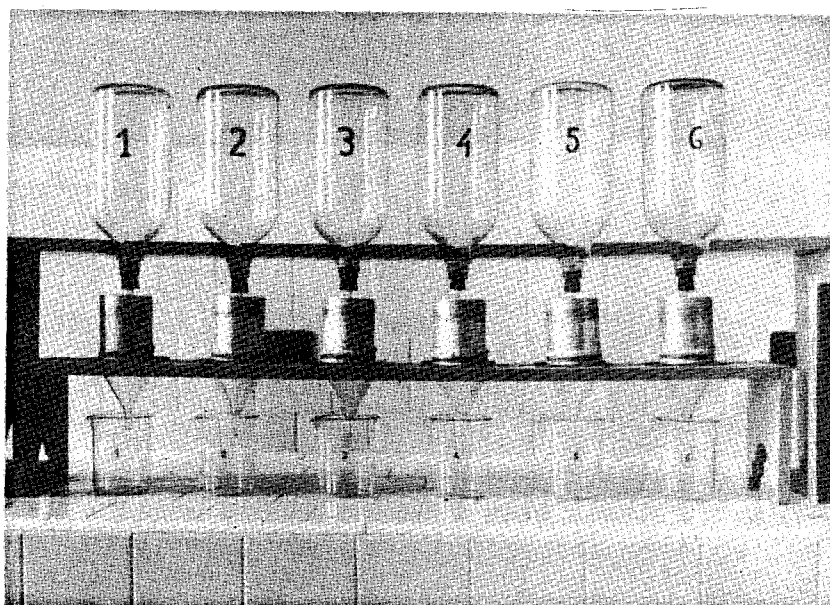
$$K = Q \times 4,57 \times 10^{-6} \text{ cm/seg}$$

$$K = Q \times 1,64 \times 10^{-2} \text{ cm/h}$$

$$K = \text{cm/h} \times 0,394 \text{ pol/h;}$$

a determinação do coeficiente de permeabilidade pode ser feita no mesmo bloco de solo depois da determinação da macroporosidade pela mesa de tensão ou diretamente no bloco do solo, sem prévia saturação da amostra.

Referências: Baver (1938); Smith et alii (1944) ;  
Oliveira (1961); Uhland (1949) .



Determinação da condutividade hidráulica utilizando o cilindro de Uhland, em laboratório.

**Método de campo:**

- escolher e preparar a área onde vai ser feita a determinação;
- no local determinado colocar um anel de ferro de 20 cm de diâmetro e 15 cm de altura e, por meio de percussão, introduzi-lo 5 cm no solo;
- colocar um segundo anel de 40 cm de diâmetro e 10 cm de altura, circunscrevendo o primeiro, também introduzindo-o 5 cm no solo;
- encher o vidro medidor e o depósito de 20 ou 40 litros;
- colocar um plástico no interior do anel menor para o início da operação e adicionar água contida em outro depósito até um nível de 3 a 5 cm acima do solo e, imediatamente, ajustar o vidro medidor no seu suporte, de modo a manter sobre o solo uma lâmina de água de 3 cm de espessura;
- em seguida colocar o depósito de 20 ou 40 litros de modo a manter o mesmo nível de água (3 cm) no interior do anel maior;
- anotar o tempo do início da infiltração e a leitura no vidro medidor;
- efetuar as leituras após 30 e 60 minutos, e, depois, de hora em hora, durante 6 a 8 horas;
- proceder ao reabastecimento do vidro medidor e do depósito maior tantas vezes sejam necessárias, evitando a diminuição da altura da lâmina de água aplicada;
- calcular a velocidade de infiltração de acordo com a seguinte expressão:  
$$\text{capacidade de infiltração (cm/h)} = \text{volume infiltrado (hora)} \times 0,00318$$
- construir um gráfico colocando, na ordenada, a velocidade de infiltração em cm/h e, na abcissa, o tempo em horas (Fig.1);
- exprimir também, em outro gráfico, os valores obtidos, adotando o mesmo critério anterior, porém com valores acumulados para a velocidade de infiltração (Fig. 1).

CAPACIDADE DE INFILTRAÇÃO

1.22 (cont.)

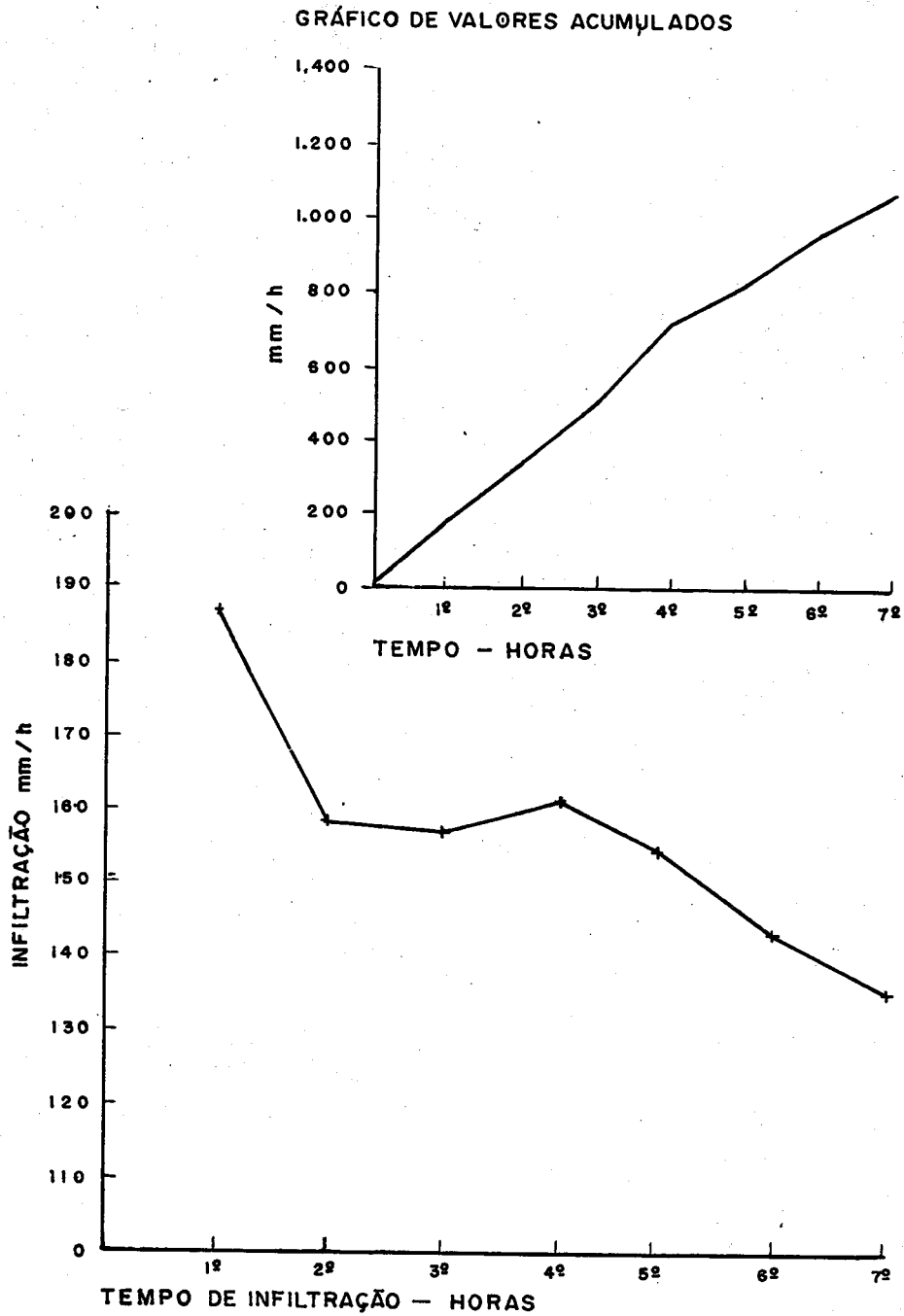
---

OBS: esta determinação deve ser feita em triplicata para uma mesma área, mas os seus resultados não devem diferir de mais de 30% do valor médio das 3 determinações; o vidro medidor deve ser aferido previamente, de modo que a cada divisão da escala corresponda um número exato de ml.

Referências: Horton (1940); Queiroz Filho et alii (1976);  
Oliveira (1963); Nelson e Muckenhirn (1940).

CAPACIDADE DE INFILTRAÇÃO

Fig. 1  
1.22 (cont. )



CAPACIDADE DE INFILTRAÇÃO - PODZÓLICO  
VERMELHO-AMARELO - SANTA MARIA - RS.

DETALHES DE OPERAÇÃO DO INFILTRÔMETRO





CURVAS DE UMEDECIMENTO DO SOLO

1.23 (E)

---

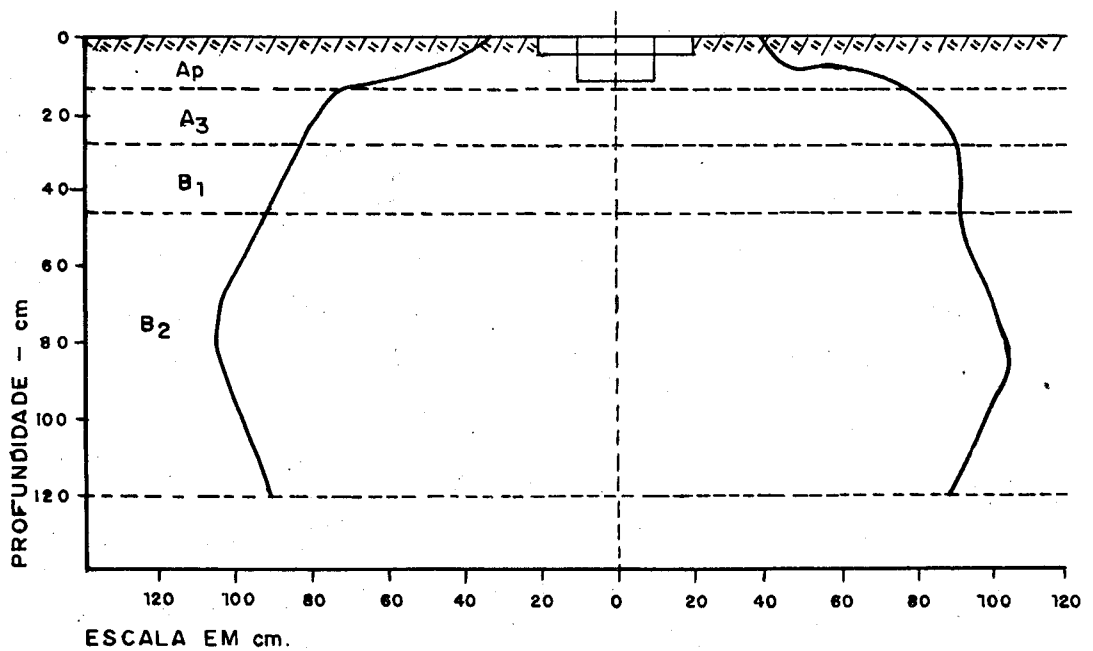
Método de campo:

- após concluída a determinação da capacidade de infiltração, cobrir as áreas dos anéis e adjacências com um plástico;
- no dia seguinte, retirar os anéis e abrir uma trincheira, de modo que seu lado maior corte o centro do anel até a profundidade do umedecimento;
- marcar, com o auxílio de uma faca, a transição entre a parte úmida e a seca, e medir com trena, a zona de umedecimento para cada lado de uma linha vertical que passa pelo centro do anel, como também em profundidade; podem-se tomar como referência para essa medição os limites dos horizontes do perfil;
- com esses dados construir um gráfico, colocando na ordenada a profundidade do solo em centímetros, e, na abcissa, as distâncias para a direita e para a esquerda da zona umedecida ( ver Fig.1).

Referência: Oliveira (1963).

**CURVAS DE UMEDECIMENTO DO SOLO**

LOCAL: PERFIL Nº 7 - ENGº CLOTILDE - MUNICÍPIO RIO LARGO - AL  
SOLO: UTINGA ARGILO - ARENOSO



EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

| Parte 1 - Análises físicas     | Método 1.24 |
|--------------------------------|-------------|
| PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO *     | 1.24        |
| MÉTODO UTILIZANDO A TERRA FINA | 1.24.1 (U)  |

- pesar 200 g de terra fina e colocar em depósito plástico de 400 ml ou em cápsula de porcelana.
- adicionar água destilada por meio de proveta de 50 ml, numa quantidade inicial de 25 ml para solos arenosos e 50 ml para os demais;
- amassar a amostra com espátula de aço inoxidável e continuar a adição de água, pouco a pouco, de preferência por meio de bureta de 50 ml;
- dar como concluída essa operação quando a massa do solo apresentar aspecto brilhante ou espelhante, ou quando uma pequena quantidade de água adicionada não é mais absorvida pela massa do solo, ou, ainda, quando a pasta desliza suavemente na espátula;
- anotar o número de ml de água gastos e deixar a amostra em repouso durante 4 horas ou durante uma noite;
- decorrido esse tempo, verificar se a massa do solo apresenta excesso ou falta de água; no primeiro caso, adicionar mais 50 g de solo e repetir a operação de saturação; no segundo caso, adicionar mais alguns ml de água até completar a saturação;
- calcular a percentagem de saturação da amostra de acordo com a seguinte expressão:

$$\% \text{ de saturação} = 100 (\text{ml de água gastos}) \times "f" / \text{peso da amostra}$$

**OBS:** esta determinação pode ser feita pelo processo gravimétrico, ou seja, pesando-se a amostra antes da aplicação de água e após a saturação; constitui também a primeira parte da obtenção do extrato de saturação para determinação da condutividade elétrica e dos ions solúveis (ver métodos na Parte 2); no caso de solos argilosos, a água deve ser colocada, inicialmente, com um mínimo de agitação, para que a massa do solo possa absorver a umidade lentamente.

\* Representa a % de água na pasta saturada.

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte 1 - Análises físicas

Método 1.24

---

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO  
MÉTODO UTILIZANDO A TERRA FINA

1.24

1.24.1 (cont.)

---

Referências: Uhland (1949); Oliveira (1961).

## PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO

1.24

## MÉTODO UTILIZANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA NÃO DEFORMADA

1.24.2 (E)

- preparar o bloco do solo contido no cilindro, nivelando as duas superfícies e colocando um pano na sua parte inferior, preso com o auxílio de uma borracha;
- colocar o cilindro + amostra numa tampa de lata de alumínio com o mesmo número do cilindro e pesar com aproximação de 0,5 g;
- transferir para bacia ou cuba plástica com altura superior à do cilindro e adicionar água de torneira, gradativamente, até que o nível desta fique bem próxima da borda do cilindro;
- deixar nestas condições durante uma noite ou até que todas as amostras apresentem a sua superfície brilhante;
- retirar rapidamente o cilindro e colocar na sua respectiva tampa e pesar; no caso de se usarem várias amostras, recolocar água na bacia à medida que os cilindros vão sendo retirados, de modo a manter o nível anterior;
- se a amostra vai ser utilizada para outras determinações, o cálculo da percentagem de saturação é feito posteriormente após a obtenção do peso do bloco do solo seco a 105°C;
- caso contrário, retirar o pano e a borracha, colocar o cilindro + amostra na tampa da lata correspondente e transferir para uma estufa a 105°C;
- após 24, 48 e 72 horas, retirar da estufa, deixar esfriar ao ar e pesar, ou até obtenção de peso constante;
- calcular a percentagem de saturação pelas seguintes expressões :

$$\% \text{ de saturação (\% de volume)} = 100 \left( \frac{\text{peso do bloco de solo saturado} - \text{peso do bloco seco a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{volume do cilindro (347,5 cm)}} \right)$$

ou:

$$\% \text{ de saturação} = \text{peso da água retida} \times 0,288$$

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte I - Análises físicas

Método 1.24

---

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO

1.24

MÉTODO UTILIZANDO AMOSTRAS COM ESTRUTURA NÃO DEFORMADA

1.24.2 (cont.)

---

OBS: O peso total do bloco do solo seco a 105°C pode ser obtido retirando-se uma parte da amostra saturada e determinando-se a percentagem de umidade.

Referências: Uhland (1949); Oliveira (1961).

PERCENTAGEM DE AGREGADOS  
MÉTODO POR VIA SECA1.25  
1.25.1 (E)

Com o emprego de agitadores tipo ROTAP de velocidade controlada e movimentos rotatórios com vibração:

- pesar 100 g da amostra preparada (seca ao ar e passadas em peneira de 4 mm de malha);
- colocar na parte superior de um jogo de peneiras de 2,0 - 1,0 - 0,5 - 0,25 mm de malha e de 20 cm de diâmetro;
- ligar o agitador e deixar por 15 minutos;
- retirar o conjunto e transferir os agregados retidos em cada peneira, para latas de alumínio numeradas e de peso conhecido;
- colocar na estufa e determinar o peso a 105°C;
- em outra amostra de 100 g determinar o seu peso seco a 105°C para utilização no cálculo da percentagem de agregados;
- calcular a percentagem dos agregados retidos em cada peneira, de acordo com a seguinte expressão e na seguinte sequência; 4,0 - 2,0 mm; 2,0 - 1,0 mm; 1,0 - 0,5 mm; 0,5 - 0,25 mm; e menor que 0,25 mm;

$\% \text{ de agregados} = 100 (\text{peso dos agregados secos a } 105^{\circ}\text{C}) / \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}$

OBS: para solos muito estruturados, pode-se alterar o jogo de peneiras incluindo outras de malhas maiores.

Referência: Oliveira (1973).

|                          |            |
|--------------------------|------------|
| PERCENTAGEM DE AGREGADOS | 1.25       |
| MÉTODO POR VIA ÚMIDA     | 1.25.2 (E) |

Opção 1 : considerando, como critério de uniformização do método, a condição de umidade inicial igual à da microporosidade :

- após a determinação da microporosidade, retirar o pano e a borracha do cilindro e transferir o bloco de solo para peneira de 20 cm de diâmetro e malhas de 4 mm;
- proceder cuidadosamente ao destorroamento com as mãos e receber em cápsula de porcelana ou outro depósito, os agregados que passam;
- homogeneizar a amostra e separar 3 subamostras ( no caso de se determinar a agregação e a estabilidade dos agregados em água);
- 1<sup>a</sup>. subamostra : colocar 100 g em lata de alumínio numerada e de peso conhecido, levar à estufa e determinar a percentagem de umidade; esse resultado é empregado para a determinação da densidade aparente, microporosidade, saturação e a própria análise de agregados;
- 2<sup>a</sup>. subamostra : pesar 100 g da amostra e colocar na parte superior de um conjunto de peneiras de 20 cm de diâmetro, sobre uma tampa de papel de filtro qualitativo, na seguinte ordem: 2,0 - 1,0 - 0,5 - 0,25 mm de malha; cada peneira é presa à outra por um anel de borracha feito de câmara de ar de pneu de automóvel;
- colocar o conjunto em recipiente com água e ajustar o nível, de modo que os agregados na sua parte superior sejam umedecidos por capilaridade (não deixar cobrir totalmente os mesmos);
- deixar nesta condição durante 2 minutos e, em seguida, retirar o papel de filtro e proceder ao levantamento e ao abaixamento do conjunto, de modo a se obterem duas imersões por minuto ( 15 segundos para levantar e 15 segundos para baixar); em cada operação deixar escorrer toda a água retida pelas peneiras;
- continuar esta operação até totalizar 30 imersões;



## PERCENTAGEM DE AGREGADOS

1.25

## MÉTODO POR VIA ÚMIDA

1.25.2 (cont.)

- em seguida, retirar as frações retidas em cada peneira, batendo estas sobre papel de filtro colocado sobre lâmina de borracha; deixar eliminar o excesso de umidade e colocar em latas de alumínio numeradas;
- colocar na estufa e determinar o peso de cada fração seca a 105° C;
- calcular a percentagem dos agregados de acordo com a expressão abaixo, obedecendo a seguinte ordem: 4,0 - 2,0 mm; 2,0 - 1,0 mm, 1,0 - 0,5 mm; 0,5 - 0,25 mm; e menor que 0,25 mm:

$$\% \text{ de agregados} = 100 \left( \frac{\text{peso do agregado seco a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}} \right)$$

Opção 2 : partindo da amostra seca ao ar :

- pesar 100 g da amostra preparada (seca ao ar e passada em peneira de 4 mm de malha) ;
- colocar na parte superior de conjunto de peneiras de 20 cm de diâmetro, sobre papel de filtro qualitativo, na seguinte ordem: 2,0 - 1,0 - 0,5 - 0,25 mm de malha;
- mergulhar o conjunto de peneiras em recipiente com água e ajustar o nível, de modo que os agregados sejam saturados por capilaridade; deixar nessa condição durante 15 minutos antes de proceder à agitação;
- determinar em 100 g de outra amostra a percentagem de umidade retida;
- proceder à agitação da amostra conforme foi indicado na 1ª. opção e calcular as percentagens de agregados retidos em cada peneira, do mesmo modo já descrito.

OBS : a agitação manual pode ser substituída por agitador mecânico construído para esse fim, com velocidade de imersão controlada.

Referências: Grohman (1960); Oliveira (1963); Yoder (1936).

Opção 1 : considerar a 3<sup>a</sup>. subamostra citada no método 1.25.2 :

- pesar 100 g da amostra homogeneizada proveniente da determinação da micro porosidade, colocar em copo plástico de 500 ml, adicionar 400 ml de água e 50 ml de solução de hidróxido de sódio a 4%;
- agitar bem e deixar em repouso por uma noite;
- transferir o material para o mesmo jogo de peneiras usado na determinação da percentagem de agregados via úmida e, por meio de um jato forte de água de torneira, lavar bem o material retido em cada peneira;
- transferir os agregados para latas de alumínio numeradas, colocar na estufa e determinar o peso seco a 105°C;
- calcular o material inerte retido em cada peneira na seguinte ordem : 4,0 - 2,0 mm; 2,0 - 1,0 mm; 1,0 - 0,5 mm; 0,5 - 0,25 mm; e menor que 0,25 mm; cálculo da percentagem de acordo com a seguinte expressão :

$$\% \text{ de material inerte} = 100 (\text{peso do material inerte seco a } 105^{\circ}\text{C}) / \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}$$

Opção 2 : empregar 100 g da amostra seca ao ar conforme foi descrito no método 1.25.2 e proceder de modo semelhante ao descrito na opção 1. Para o cálculo da agregação e da estabilidade dos agregados, geralmente consideram-se os agregados maiores que 0,5 mm de diâmetro, podendo, entretanto, adotar-se outros valores;

- calcular a percentagem de agregação de acordo com a seguinte expressão :

$$\% \text{ de agregação ( agregados maiores que } 0,5 \text{ mm )} = ( \% \text{ de agregados via úmida} - \% \text{ de material inerte})$$

( considerar o valores acumulados para os agregados e material inerte das frações 4,0 - 2,0 mm; 2,0 - 1,0 mm; e 1,0 - 0,5 mm) ;

---

AGREGAÇÃO E ESTABILIDADE DOS AGREGADOS EM ÁGUA

1.26 (cont.)

---

- calcular a percentagem de agregados estáveis em água de acordo com a seguinte expressão:

$\% \text{ de estabilidade dos agregados} = 100 (\% \text{ de agregação}) / \% \text{ total de agregados maiores que } 0,5 \text{ mm.}$

OBS: esses resultados podem ser expressos em gráficos.

Referências: Judd et alii (1936); Oliveira (1963);  
Grohman e Conangim (1960).

## LIMITE DE LIQUIDEZ

1.27 (E)

Método com utilização do aparelho de Casagrande:

- colocar uma quantidade de amostra de aproximadamente 100 g em cápsula de porcelana de 250 ml;
- adicionar água destilada pouco a pouco e, com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável, formar uma massa homogênea;
- retirar uma porção da massa, em torno de 30 ml, e colocar na cápsula metálica do aparelho de Casagrande, espalhando-a uniformemente de modo que sua parte central fique com espessura aproximada de 1 cm;
- cortar a massa do solo na sua parte central, com o cortador próprio do aparelho, à semelhança da figura a seguir;
- girar a manivela do aparelho numa velocidade constante de 2 rotações por segundo e anotar o número de pancadas quando a ranhura central se fechar numa espessura de uma polegada (ver figura 1);
- misturar bem a massa do solo contida na cápsula metálica e repetir a operação anterior; se o número de pancadas for maior que 18 e menor que 32 a determinação é considerada válida para se retirar a amostra e calcular seu teor de umidade;
- coletar uma pequena amostra, de preferência próxima da ranhura, colocar em lata de alumínio, pesar, colocar em estufa e determinar a percentagem de umidade retida;
- para cada determinação, em número de 3 a 5, registrar o número de pancadas correspondentes e o teor de umidade expresso em percentagem de solo seco a 105°C;
- calcular a percentagem de umidade retida pela seguinte expressão:  
$$\% \text{ de umidade} = 100 \left( \frac{\text{peso da amostra úmida} - \text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso da amostra seca a } 105^{\circ}\text{C}} \right)$$
- o limite de liquidez é representado pelo valor da percentagem de umidade retida pela amostra, correspondente a 25 pancadas.

|  |              |
|--|--------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |              |
| Parte I - Análises físicas                           | Método 1.27  |
| LIMITE DE LIQUIDEZ                                   | 1.27 (cont.) |

OBS: no caso de não se conseguir obter precisamente a condição estipulada pelo método para as 25 pancadas, empregam-se equações que dão esse valor em função de um número de pancadas compreendido entre certos limites; o American Society for Testing Materials, citado por SOWERS, emprega a seguinte equação:

$$\text{Limite de liquidez} = W_N (N/25)^{0,12},$$

sendo  $W_N$  a percentagem de umidade correspondente a N pancadas e N o número de pancadas da determinação.

A Tabela nº 1 apresenta o cálculo do fator de correção para 25 batidas calculadas em função da equação já referida.

## LIMITE DE LIQUIDEZ

Tab. 1  
1.27 (cont.)

- Tabela 1. Valores de  $(N/25)^{0,12}$  correspondentes ao número de pancadas para determinação do limite de liquidez.

| N  | $(N/25)^{0,12}$ | N  | $(N/25)^{0,12}$ |
|----|-----------------|----|-----------------|
| 18 | 0,961           | 26 | 1,005           |
| 20 | 0,974           | 28 | 1,014           |
| 22 | 0,985           | 30 | 1,022           |
| 24 | 0,995           | 32 | 1,030           |
| 25 | 1,000           |    |                 |

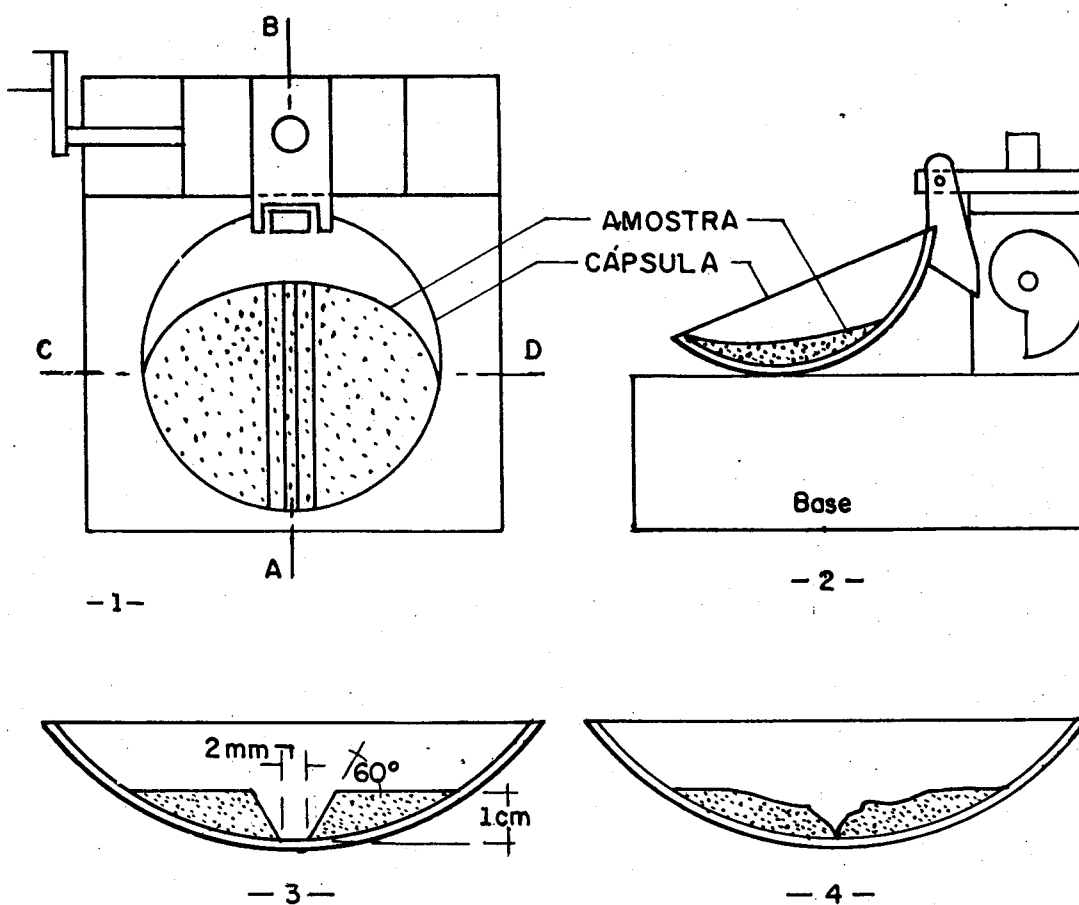
OBS: PINTO e OLIVEIRA encontraram uma equação semelhante no estudo do limite de liquidez.

Referências: ABNT (1948); Soves (1965); Gomes e Cabeda (1976); Pinto e Oliveira (1975); Forsythe (1975); Oliveira (1973).

LIMITE DE LIQUIDEZ

Fig. 1  
1.27 (cont.)

LIMITE DE LIQUIDEZ



- 1 — VISTA DE CIMA DA AMOSTRA COLOCADA NA CÁPSULA METÁLICA DEPOIS DE FEITO O CORTE
- 2 — CORTE A — B
- 3 — CORTE C — D ANTES DA DETERMINAÇÃO
- 4 — CORTE C — D APÓS O FECHAMENTO DO CORTE

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 1 - Análises físicas                           | Método 1.28 |
| LIMITE DE PLASTICIDADE E ÍNDICE DE PLASTICIDADE      | 1.28 (E)    |

Método segundo a ABNT e SOWERS:

- retirar uma parte da massa do solo de aproximadamente 10 a 15 g, proveniente da determinação do limite de liquidez e formar uma bola;
- comprimir essa bola sobre placa de vidro ou azulejo, com o auxílio dos dedos, até formar um bastão cilíndrico de 3 a 4 mm de diâmetro;
- repetir essa operação 3 ou mais vezes, adicionando água na massa do solo, de modo que o bastão formado comece a se quebrar quando atinge o diâmetro de 3 a 4 milímetros; como termo de comparação, pode-se usar um bastão de vidro com este diâmetro;
- atingindo essa condição, colocar os bastões em latas de alumínio numeradas, pesar e determinar a percentagem de umidade pelo método usual; as pesadas devem ser feitas com aproximação de 0,01 g;
- o limite de plasticidade é representado pela média dos valores das percentagens de umidade das 3 ou mais determinações;
- o índice de plasticidade é obtido pela seguinte expressão:

$$\text{Índice de plasticidade} = \text{Limite de liquidez} - \text{Limite de plasticidade}$$

Referências : ABNT (1948) ; Sowers (1965); Forsythe (1975);  
Gomes e Cabeda (1976); Oliveira (1973).



LIMITE DE PEGAJOSIDADE

1.29 (E)

Método indicado por SOWERS; FORSYTHE :

- colocar em cápsula de porcelana, uma parte da massa do solo proveniente da determinação do limite de liquidez, ou pesar 50 a 100 g de terra fina;
- adicionar, pouco a pouco, água destilada, e, com o auxílio de espátula de aço, formar uma massa uniforme;
- limpar e secar bem a espátula e comprimir a sua face sobre a massa de solo, para testar a aderência;
- se essa aderência não foi conseguida, repetir a operação , adicionando mais água até que se note esse efeito;
- uma vez atingido esse ponto, retirar uma pequena porção da massa do solo, colocar em lata de alumínio numerada, pesar e determinar o teor de umidade pela forma usual;
- repetir esta operação 3 vezes ou mais;
- a determinação é considerada concluída quando os valores das percentagens de umidade obtidos não difiram de 2%;
- o limite de pegajosidade é representado pela média das 3 ou mais determinações.

Referências: Sowers (1965); Forsythe (1975); Oliveira (1973).

Parte I - Análises físicas

| EXPRESSIONÃO DE RESULTADOS |                                |  | 1. Exp. Res.  |
|----------------------------|--------------------------------|--|---------------|
| - 1.1                      | TERRA FINA                     | g/100 g AMSA                           | sem decimal   |
| - 1.2                      | CALHAUS E CASCALHOS            | g/100 g AMSA                           | sem decimal   |
| - 1.3                      | UMIDADE ATUAL                  | g/100 g AMSE                           | uma decimal   |
| - 1.4                      | UMIDADE RESIDUAL               | g/100 g TFSA                           | duas decimais |
| - 1.5                      | UMIDADE A 15 ATMOSFERAS        | g/100 g TFSE                           | uma decimal   |
| - 1.6                      | UMIDADE A 1/10 e 1/3 ATMOSFERA | g/100 g TFSE                           | uma decimal   |
| - 1.8                      | EQUIVALENTE DE UMIDADE         | g/100 g TFSE                           | uma decimal   |
| - 1.10                     | CAPACIDADE DE CAMPO            | g/100 g AMSE                           | uma decimal   |
| - 1.11                     | DENSIDADE APARENTE             | g/cm <sup>3</sup>                      | duas decimais |
| - 1.12                     | DENSIDADE REAL                 | g/cm <sup>3</sup>                      | duas decimais |
| - 1.13                     | POROSIDADE TOTAL               | cm <sup>3</sup> /100 cm <sup>3</sup> * | sem decimal   |
| - 1.14                     | MICROPOROSIDADE                | cm <sup>3</sup> /100 cm <sup>3</sup> * | uma decimal   |
| - 1.15                     | MACROPOROSIDADE                | cm <sup>3</sup> /100 cm <sup>3</sup> * | uma decimal   |
| - 1.16                     | AREIA GROSSA (2-0,2 mm)        | g/100 g TFSE                           | sem decimal   |
| - 1.16                     | AREIA FINA (0,2-0,05 mm)       | g/100 g TFSE                           | sem decimal   |
| - 1.16                     | SILTE (0,05 - 0,002 mm)        | g/100 g TSE                            | sem decimal   |
| - 1.16                     | ARGILA TOTAL (<0,002 mm)       | g/100 g TFSE                           | sem decimal   |
| - 1.17                     | ARGILA DISPERSA EM ÁGUA        | g/100 g TFSE                           | sem decimal   |
| - 1.18                     | GRAU DE FLOCULAÇÃO             | %**                                    | sem decimal   |
| - 1.20                     | % SILTE/% ARGILA               | --                                     | duas decimais |

AMSE - amostra seca a 105°C

AMSA - amostra seca ao ar

TFSA - terra fina seca ao ar

TFSE - terra fina seca a 105°C

\* - volume de poros cm<sup>3</sup>/ 100 cm<sup>3</sup> da amostra volumétrica

\*\* - % de argila dispersa em água em relação à quantidade de argila total

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte 1 - Análises físicas

---

|        | EXPRESSÃO DE RESULTADOS         | 1. Exp. Res. (cont.)     |             |
|--------|---------------------------------|--------------------------|-------------|
| - 1.21 | CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA        | mm/h ou cm/h             | uma decimal |
| - 1.22 | CAPACIDADE DE INFILTRAÇÃO       | mm/h ou cm/h             | uma decimal |
| - 1.24 | PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO        | g/100 cm <sup>3</sup> ou |             |
|        |                                 | g/100 g TFSE             | uma decimal |
| - 1.25 | PERCENTAGEM DE AGREGADOS        | g/100 g AGREG            | uma decimal |
| - 1.26 | AGREGAÇÃO E ESTAB. DE AGREGADOS | %                        | uma decimal |
| - 1.27 | LIMITE DE LIQUIDEZ              | g/100 g TFSE             | uma decimal |
| - 1.28 | LIMITE DE PLASTICIDADE          | g/100 g TFSE             | uma decimal |
| - 1.29 | LIMITE DE PEGAJOSIDADE          | g/100 g TFSE             | uma decimal |

---

TFSE - terra fina seca a 105°C

AGREG - Agregados

- ARCHER, J. R. & SMITH, P.D. The relation between bulk density, available water capacity and air capacity for soils. J. Soil Sci. 23: 475-480, 1972.
- ARENA, A. La porosidad de los terrones de suelo. Buenos Aires, Comisión Nacional de Cultura, 1945. (1a. parte), 98 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Normas Brasileiras. Rio de Janeiro, 1948. 378 p.
- BAVER, L.D. Soil permeability in relation to non capillary porosity. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 3: 52-6, 1938.
- BERGOGLIO, H. Nota prévia sobre o efeito da destruição da matéria orgânica na análise mecânica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., Pelotas, 1955. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1959. p. 68-9.
- \_\_\_\_\_. Comparação entre três dispersantes usados na análise mecânica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., Pelotas, 1955. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1959. p. 70-4.
- BLAKE, G.R. Bulk density. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc., American Society of Agronomy, 1965. Part 1. p. 374-90. (Agronomy, 9).
- BRASHER, B.R.; FRANZMEIER, D.P.; VALASSIS, V. & DAVIDSON, S.E. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk-density and water - retention measurements. Soil Sci. 101: 108, 1966.
- BRASIL. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agronômicas. Instituto de Química Agrícola. Método de análise de solos. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (Boletim, 11).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 2. Ref. Bibli. (cont.)

---

- BRIGGS, L.J. & SHANTZ, H.L. Moisture equivalent determination and their application. Proc. An. Soc. Agron. 2: 138-47, 1907.
- \_\_\_\_\_. & McLANE, J.W. The moisture equivalent of soils. Soils Bull. (USDA), 45: 1-23, 1907 (a).
- \_\_\_\_\_. & SHANTZ, H.L. The wilting coefficient for different plants and its indirect determination. Soils Bull. (USDA), 230, 1912.
- BROWNING, G. M. Relation of field capacity to moisture equivalent in soils of West Virginia. Soil Sci. 52: 445-50, 1941.
- CHRISTIANSEN, J.E. Effect of entrapped air upon the permeability of soils. Soil Sci. 58: 355-65, 1944.
- COLE, J.S. & MATHERS, O.R. Field capacity and minimum point as related to the moisture equivalent. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 18: 247-52, 1954.
- COLMAN, E.A. Laboratory procedure for determining the field capacity of soils. Soil Sci. 63: 277-83, 1947.
- \_\_\_\_\_. The dependence of field capacity upon the depth of wetting of field soils. Soil Sci. 58: 43-50, 1944.
- DONAHUE, R.L. Laboratory manual for introductory soils. Illinois, Interstate Printers and Publishers, 1952. 151 p.
- ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Survey Staff. Soil Survey Manual. Washington, D.C., USDA, 1951. 503 p. (Agriculture Handbook, 18)

- FERNANDES, B.E. & SYKES, I.D. Capacidade de campo e retenção de água em três solos de Minas Gerais. R.Ceres, Viçosa, 15 (83) : 1-39, 1968.
- FIREMAN, M. Permeability measurements on disturbed soils samples. Soil Sci. 58: 337-54, 1944.
- FORSYTHE, W. Física de suelos. Manual de Laboratório, Turrialba, IICA, 1975. 221 p.
- FRANZMEIER, D.P.; STEINHARDT, G.C.; CRUM, J.R. & NORTON, L.D. Soil characterization in Indiana: 1. Field and Laboratory Procedures. Purdue University, Dep. Agronomy Agric. Exp. Stat. 1977. 31 p. (Research Bull. 943).
- GROHMAN, F. Análise de agregados de solos. Bragantia, Campinas, 19: 201-13, 1960.
- \_\_\_\_\_. A vibração ultrassônica na dispersão de latossolos argilosos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., Campinas, 1975. Anais. Campinas, SP. Soc. Bras. Ciên. Solo, 1976. p. 27-9.
- \_\_\_\_\_. & CONNAGIN, A. Técnica para o estudo da estabilidade de agregados do solo. Bragantia, Campinas, 19: 329-43, 1960.
- \_\_\_\_\_. & MEDINA, H.P. Características de umidade dos principais solos do Estado de São Paulo. Bragantia, Campinas, 21: 285-95, 1962.
- \_\_\_\_\_. & VAN RAIJ, B. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., Santa Maria, 1973. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1974. p. 123-32.

- GOMES, A.S. & CABEDA, M.S.V. Consistência de solos argilosos-escuros do Rio Grande do Sul e sua importância agrônômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., Campinas, 1975. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1976. p. 31-4.
- HAISE, H. R.; HAAS, H.J. & JENSEN, L.R. Soil moisture studies of some great plains soils: II. Field capacity as related to 1/3 atmosphere percentage, and "Minimum Point" as related to 15 and 26 atmosphere percentages. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 19: 20-5, 1955.
- HORTON, R.E. An approach toward a physical interpretation of infiltration capacity. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 5: 399-417, 1940.
- KILMER, V.J. & ALEXANDER, L.T. Methods of making mechanical analysis of soils. Soil Sci. 68: 15-24, 1949.
- LEAMER, R.W. & SHAW, B. A simple apparatus for measuring noncapillary porosity in extensive scale. J.Am. Soc. Agron. 33: 1003-08, 1941.
- MEDINA, H.P. & CAMARGO, O.A. de. Caracterização expedita de água no solo por intermédio do equivalente de umidade. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 13., Vitória, 1973. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1973. p. 20-1. Resumos.
- \_\_\_\_\_. & GROHMANN, F. Contribuição ao estudo de análise granulométrica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 6., Salvador, 1957. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1962. p. 29-38.
- MILLER, W.F. Volume changes in bulk density samples. Soil Sci. 102: 300-04, 1966.

- NELSON, L.B. & MUCKENHIRN, R.J. The percolation ratio of four Wisconsin soils having different drainage characteristics. J. Am. Soc. Agron. 33: 1028, 1941.
- NELSON, W.R. & BAVER, L.D. Movement of water through soils in relation to the nature of the pores. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 5: 69-76, 1940.
- OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da umidade de murchamento de alguns tipos de solo do Nordeste. Recife, Inst. Agron. Nord. 1959. 79 p. (Boletim Técnico, 8).
- \_\_\_\_\_. Estudo do sistema solo-água-planta em solos do Nordeste. Recife, Inst. Agron. Nord. 1960. 76 p. (Boletim Técnico, 14).
- \_\_\_\_\_. Coefficiente de permeabilidade de dois tipos de solo (aluvial) da Estação Experimental do Curado. Recife, Inst. Agron. Nord. 1961. 32 p. (Boletim Técnico, 16).
- \_\_\_\_\_. Estudo físico-hídrico do solo. Caracterização completa sob o ponto de vista físico de uma área experimental da Estação Experimental do Curado. Recife, Inst. Agron. Nord. 1963. 38 p. (Boletim Técnico, 19).
- \_\_\_\_\_. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste. Solos normais, calcários, calcários com sais solúveis e salinos. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 1: 7-15, 1966 (a).
- \_\_\_\_\_. Modificação do cilindro de Koettgen utilizado na análise mecânica de solos. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 1: 239-42, 1966 (b).



REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

I. Ref. Bibl. (cont.)

- OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela "mesa de tensão" em amostras de solo com estrutura indeformada. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 3: 197-200, 1968 (a).
- \_\_\_\_\_. Notas de aulas; Curso Pós-graduação em Biodinâmica e Produtividade do solo. Santa Maria, Universidade Federal de Santa Maria, 1973. (Mimeografado).
- \_\_\_\_\_; DANTAS, H.S.; CAMPELO, A.B.; GALVÃO, S.J. & GOMES, I.F. Caracterização de adensamento no sub-solo de uma área de "Tabuleiro" da Estação Experimental do Curado, Recife. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 3: 207-14, 1968.
- \_\_\_\_\_. & MARTINS, A.M.C.M. Considerações sobre a umidade a 15 atmosferas e a umidade de murchamento (Método fisiológico), em solos do Nordeste. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 1: 91-5, 1966.
- \_\_\_\_\_. & MELO, V. Estudo da disponibilidade de água em um solo da Estação Experimental de Itapirema, Pernambuco. Pesq. Agropec. Bras. Ser. Agron. Rio de Janeiro, 6: 31-7, 1971.
- \_\_\_\_\_. & QUEIROZ, E.N. de. Curvas características de retenção de umidade de solos do Nordeste do Brasil. Pesq. Agropec. Bras. Ser. Agron. Rio de Janeiro, 10: 69-75, 1975.
- PAIVA NETTO, J.E. & DE JORGE, W. Estudo preliminar do sistema água-solo-planta no Estado de São Paulo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 59-79.
- PANABOKKE, C.R. & QUIRK, J.P. Effect of initial water content on stability of soil aggregates in water. Soil Sci. 83: 183-95, 1952.

- PIERANTONI, H. Correlações entre argila e constantes hídricas em latossolos do sul de Mato Grosso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 13., Vitória, 1971. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1973. p. 22. Resumos.
- PINTO, S. & OLIVEIRA, O.V. de. Método rápido para a determinação do limite de liquidez ajustado a solos brasileiros. Rio de Janeiro, IPF, 1975. 16 p. (Publ. 165).
- QUEIROZ FILHO, S.C.; MILLAR, A.A. & BOERS, M. Características da infiltração dos vertissolos do sub-médio São Francisco. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., Campinas, 1975. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1976. p. 63-74.
- RANZANI, G. Análise mecânica de solos pelo método de Bouyoucos modificado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., Pelotas, 1955. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1959. p. 18-31.
- RICHARDS, L.A. A pressure membrane extraction apparatus for soil solution. Soil Sci. 51: 377-86, 1941.
- \_\_\_\_\_. ed. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. Washington, D.C., USDA, 1954. 160 p. (Agriculture Handbook, 60).
- \_\_\_\_\_. Porous plate apparatus for measuring retention and transmission by soil. Soil Sci. 66: 105-10, 1948.
- \_\_\_\_\_. Methods of measuring soil moisture tension. Soil Sci. 68: 95-112, 1949.
- \_\_\_\_\_. & WEAVER, L. R. Fifteen atmosphere percentage as related to the permanent wilting percentage. Soil Sci. 56: 331-9, 1943.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ref. Bibl. (cont.)

---

- RIGHES, A.A. & VEIGA, C.L. Capacidade de campo e retenção de água no solo a baixas tensões com estrutura deformada e não deformada. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE IRRIGAÇÃO E DRENAGEM, 3., Fortaleza, 1975. Anais. Fortaleza, Ministério do Interior, ABID, DNOCS, 1976.
- ROSE, C.W.; STERN, W.R. & DRUMOND, J.E. Determination of hydraulic conductivity as a function of depth and water content in situ. Australian J. Soil Res. 3: 1-9, 1965.
- RUBIA, J. de la. & BLASCO, F. About the moisture equivalent determination. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 6., Paris, 1956. p. 201-3.
- RUSSEL, M.B. & RICHARDS, L.A. The determination of soil moisture energy relations by centrifugation. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 3: 65-9, 1938.
- SALTER, P.J. & HAWORTH, F. The available capacity of a sandy loam soil. I. A critical comparison of methods of determining the moisture content of soils at field capacity and the permanent wilting percentage. J. Soil Sci. 2 (12) : 327-34, 1961.
- SMITH, R.M. & BROWNING, D.R. Soil moisture tension and pore space relations for several soils in the range of the field capacity. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 12: 17-21, 1947.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_ & POHLMAN, G.G. Laboratory percolation through undisturbed soil sample in relation to pore-size distribution. Soil Sci. 57 : 197-213, 1944.
- SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Comissão Permanente de Métodos de Trabalho de Campo. Manual de métodos de trabalho de campo, 2a. aproximação. Rio de Janeiro, DPFS, 1967. 33 p.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ref. Bibl. (cont.)

---

- SOWERS, G. F. Consistency. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc. American Society of Agronomy, 1965. Part 1. p. 391-9. (Agronomy, 9).
- SYKES, J. Reconsideração do conceito de umidade de murchamento permanente. Turrialba, 19: 525-30, 1969.
- THOMAS, M.D. & HARRIS, K. The moisture equivalent as a measure of the field capacity of soils. Soil Sci. 21: 411-20, 1926.
- TYNER, E.H. The use of sodium metaphosphate for mechanical analysis of soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 4: 106-13, 1963.
- UHLAND, R.E. Physical properties of soils as modified by crops and management. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 14: 361-66, 1949.
- \_\_\_\_\_. Rapid method for determining soil moisture. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 15: 391-3, 1951.
- VEIHMEYER, F.J. & HENDRICKSON, A.H. The moisture equivalent as a measure of the field capacity of soils. Soil Sci. 32: 181-93, 1931.
- \_\_\_\_\_. & \_\_\_\_\_. Methods of measuring field capacity and permanent wilting percentage of soils. Soil Sci. 68: 75-94, 1949.
- VETTORI, L. Métodos de análise do solo. Rio de Janeiro, EPFS, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).
- \_\_\_\_\_. & PIERANTONI, H. Análise granulométrica. Novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro, EPFS, 1968. 8 p. (Boletim Técnico, 3).
- VOMOCIL, J.A. Porosity. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc. American Society of Agronomy, 1965. Part 1. p. 299-314. (Agronomy, 9).

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo  
Parte 1 - Análises físicas

---

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ref. Bibl. (cont.)

---

WINKLER, E.I. G. & GOEDERT, W.J. Características hídricas dos solos de Pelotas, Rio Grande do Sul. Pesq. Agropec. Bras. Ser. Agron. Rio de Janeiro, 7: 1-4, 1972.

WORK, R.A. & LEWIS, M.R. Moisture equivalent field capacity and permanent wilting percentage and their ratios in heavy soils. Agricultural Engineering, 15 (10) : 355-62, 1934.

YODER, R.E. A direct method of aggregate analysis of soils and a study of the physical nature of erosion losses. J. Amer. Soc. Agron. 28:337-51, 1936.

pH (pH EM ÁGUA)

2.1.1 (U)

---

Método potenciométrico:

- colocar 10 ml de terra fina em copo plástico de 100 ml numerado e adicionar 25 ml de água destilada ou desionizada;
- agitar a amostra com bastão de vidro, individual;
- deixar em repouso por tempo nunca inferior a 1 hora;
- ligar o potenciômetro, pelo menos 30 minutos antes de começar a ser usado;
- aferir o potenciômetro com as soluções tampão pH 4,0 e pH 7,0;
- agitar cada amostra com bastão de vidro, mergulhar os eletrodos na suspensão homogeneizada e proceder à leitura do pH.

OBS: foi verificado que, trabalhando em série, não há necessidade de lavar os eletrodos entre uma e outra amostra, sendo este cuidado indispensável antes e depois do aferimento do aparelho com as soluções padrão.

Preparo de soluções:

- as soluções padrão de pH 4,0 e 7,0 são adquiridas no comércio em ampolas e diluídas conforme indicação do fabricante.

Referências: Vettori (1969); Peech (1965).

**Método** potenciométrico:

- colocar 10 ml de terra fina em copo plástico de 100 ml e adicionar 25 ml da solução de KCl;
- proceder da mesma forma indicada para a determinação do pH em água.

Preparo de soluções:

- solução de KCl N: pesar 149,12 g do sal, previamente seco em estufa, colocar em balão aferido de 2 litros contendo água destilada, agitar até dissolver e completar o volume.

Referências: Jackson (1958); Vettori (1969).

pH (pH EM  $\text{CaCl}_2$  0,01 M)

2.1.3 (E)

Método potenciométrico:

- colocar 10 ml de terra fina em copo plástico de 100 ml e adicionar 25 ml da solução de  $\text{CaCl}_2$  0,01M;
- proceder da mesma forma indicada para a determinação do pH em água.

Preparo de soluções:

- solução padrão de  $\text{CaCl}_2$  M: pesar 147 g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  para cada litro de solução a preparar; agitar, deixar esfriar e completar o volume;
- solução de  $\text{CaCl}_2$  0,01 M: diluir 10 ml do padrão para cada litro de solução a preparar; medir a CE dessa solução, que deve ser da ordem de 2,3 mmhos/cm/25°C.

Referências: Fassbender (1975); Schofield e Taylor (1955).



## CARBONO ORGÂNICO

2.2 (U)

Método volumétrico pelo bicromato de potássio e titulação pelo sulfato ferroso:

- tomar aproximadamente 20 g de TFSA, triturar em gral e passar em peneira de 80 mesh; pesar 0,5g de terra fina e colocar em erlenmeyer de 250/300 ml;
- adicionar 10 ml (pipetados) da solução de bicromato de potássio 0,4 N;
- colocar um tubo de ensaio de 25 mm de diâmetro e 250 mm de altura, cheio de água e protegido com papel aluminizado, na boca do erlenmeyer, funcionando este como condensador;
- aquecer em placa elétrica até a fervura branda, durante 5 minutos;
- deixar esfriar e juntar 80 ml de água destilada, medido com proveta, 1 ml de ácido ortofosfórico e 3 gotas do indicador difenilamina;
- titular com solução de sulfato ferroso amoniacal 0,1 N até que a cor azul desapareça, cedendo lugar à verde;
- anotar o número de ml gastos;
- proceder a uma prova em branco com 10 ml da solução do bicromato de potássio e anotar o volume de sulfato ferroso amoniacal gasto.
- calcular a percentagem de carbono existente na amostra pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de Carbono} = (40 - \text{volume gasto}) \times f \times 0,06 \times "f"$$

sendo  $f = 40/\text{volume sulfato ferroso gasto na prova em branco}$ .

"f" = fator de correção para TFSE.

## CARBONO ORGÂNICO

2.2 (cont.)

OBS: esta técnica é aplicada para solos com teores de carbono inferiores a 2%; para teores superiores a 2% de carbono, pipetar quantidades crescentes de bicromato de potássio: 20, 30, 40 ou 50 ml até que a coloração da solução permaneça amarela, sem traços de verde; proceder à fervura e, após esfriar, diluir a solução de 1:5, ou seja, para volumes de 100, 150, 200 e 250, respectivamente; pipetar 50 ml, diluir com água e titular com sulfato ferroso; aplicar a expressão indicada para o cálculo do carbono, uma vez que a alíquota tomada corresponde a 10 ml da solução de bicromato de potássio.

Para o caso de amostras em que os 50 ml da solução de bicromato de potássio são insuficientes para oxidar toda a matéria orgânica, usar 0,25 g de terra fina.

Em caso de solos salinos adicionar uma pitada de sulfato de prata após adição de bicromato de potássio.

Preparo de soluções:

- solução de bicromato de potássio 0,4 N em meio ácido: dissolver 39,22 g do  $K_2Cr_2O_7$  p.a., previamente seco em estufa a  $130^\circ C$  durante uma hora, em 500 ml de água destilada contida em balão aferido de 2 litros; juntar uma mistura, já fria, de 1000 ml de ácido sulfúrico concentrado e 500 ml de água destilada; agitar bem para dissolver todo o sal, deixar esfriar e completar o volume do balão com água destilada.
- solução de sulfato ferroso amoniacal aproximadamente 0,1 N: dissolver 40 g de  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  cristalizado, (Sal de Mohr), em aproximadamente 500 ml de água destilada contendo 10 ml de ácido sulfúrico concentrado; agitar bem e completar o volume para 1 litro;
- indicador difenilamina: pesar 1 g de difenilamina e dissolver em 100 ml de ácido sulfúrico concentrado;

---

|   |             |
|---|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de método de análise de solo |             |
| Parte 2 - Análises químicas                         | Método 2.2  |
| CARBONO ORGÂNICO                                    | 2.2 (cont.) |

---

- sulfato de prata (catalizador): utilizar o sal puro ( $Ag_2SO_4$ );
- ácido ortofosfórico ( $H_3PO_4$ ) concentrado (85) p.a.: utilizar o produto concentrado.

Referências: Brasil IQA (1949); Verdade (1956); Jackson (1958); Frattini e Kalckman (1967); Vettori (1969); Donahue (1952).

MATÉRIA ORGÂNICA 2.3 (U)

---

A percentagem de matéria orgânica é calculada multiplicando-se o resultado do carbono orgânico por 1,724.

$$\% \text{ de Carbono} \times 1,724 = \% \text{ de matéria orgânica}$$

OBS: este fator é utilizado em virtude de se admitir que na composição média do húmus, o carbono participa com 58%.

Referências: Araújo et alii (1953); Verdade (1954).

---

NITROGÊNIO TOTAL  
KJELDAHL POR CÂMARA DE DIFUSÃO

---

2.4  
2.4.1 (U)

---

Método da digestão com sulfatos de sódio e de cobre e determinação do N por volumetria após retenção do  $\text{NH}_3$  em ácido bórico em câmara de difusão:

- pesar 0,7 g de terra fina, colocar em balão Kjeldahl de 100 ml, pesado com aproximação de 0,001 g;
- adicionar 15 ml de mistura ácida de sulfatos e proceder à digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica;
- deixar esfriar, juntar 25 ml de água destilada, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico;
- juntar, gradativamente solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-clara (início da formação dos compostos básicos de ferro);
- deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35 g e misturar bem a solução;
- preparar a câmara de difusão, colocando sobre balança o pesa-filtro e adicionar, com auxílio de pipeta, 12 g da solução parcialmente neutralizada (correspondente a 140 mg da terra fina);
- colocar 2,5 ml da solução de ácido bórico e 4 gotas do indicador misto no recipiente plástico, e este em um tripé de porcelana sobre a câmara de difusão;
- adicionar ao líquido contido na câmara proveniente do ataque 2 ml da solução de NaOH a 30% e fechar imediatamente a câmara; colocar vaselina na tampa da câmara para evitar perdas de amônia formada pela reação;
- agitar ligeiramente a solução através de movimentos circulares e deixar em repouso durante uma noite;
- abrir a câmara, retirar o recipiente de plástico contendo o ácido bórico e transferir para bécher de 100 ml, lavando com mais ou menos 10 ml de água destilada;
- titular com solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ou HCl 0,01 N até a mudança da coloração ro-

---

NITROGÊNIO TOTAL  
KJELDAHL POR CÂMARA DE DIFUSÃO

---

2.4

2.4.1 (cont.)

- utilizar uma prova em branco e calcular a quantidade de N na amostra pela seguinte expressão:

(ml de ácido 0,01 N da amostra - ml de ácido da prova em branco)

$\times 0,1 \times "f" = \% N / 100 \text{ g da terra fina.}$

OBS: a câmara de difusão é constituída de pesa-filtro de forma baixa, medindo 80 x 30 mm, com tampa esmerilhada; o recipiente plástico é formado de tampa de polietileno de 30 mm de diâmetro. Para fins de levantamento de solos, esse resultado é representado como nitrogênio total; entretanto, essa determinação é considerada como nitrogênio orgânico e amoniacal.

Preparo de soluções:

- solução ácida de sulfatos de sódio e de cobre: pesar 180 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  e dissolver em aproximadamente 1 litro de água destilada contida em balão aferido de 2 litros; adicionar 18 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  e, em seguida, 600 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado; deixar esfriar e completar o volume;
- solução de hidróxido de sódio a 30%: pesar 300 g de NaOH, dissolver em água e completar o volume para 1 litro;
- indicador misto: (verde de bromocresol + vermelho de metila) - dissolver 0,1g de verde de bromocresol e 0,02 g de vermelho de metila em álcool etílico e completar o volume para 100 ml;
- ácido sulfúrico ou clorídrico 0,01 N: preparar a partir de solução normal ou decinormal;

|                                |                |
|--------------------------------|----------------|
| NITROGÊNIO TOTAL               | 2.4            |
| KJELDAHL POR CÂMARA DE DIFUSÃO | 2.4.1 (cont. ) |

- ácido bórico: pesar 40 g do ácido; dissolver em água destilada e completar o volume para 1 litro.

Referências: Brasil IQA (1949); Cattani e Kupper (1946); Vettori (1969).

|                                 |             |
|---------------------------------|-------------|
| NITROGÊNIO TOTAL                | 2.4.        |
| KJELDAHL POR DESTILAÇÃO A VAPOR | 2.4.2 ( U ) |

Método da digestão com sulfatos de sódio e de cobre e determinação do N por volumetria após retenção do  $\text{NH}_3$  em ácido bórico, e destilação a vapor;

- pesar 0,7 g de terra fina, colocar em balão Kjeldahl de 100 ml, pesado com aproximação de 0,001 g;
- adicionar 15 ml da mistura ácida de sulfatos e proceder à digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica;
- deixar esfriar, juntar 25 ml de água destilada, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico;
- juntar, gradativamente, solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-clara (início da formação dos compostos básicos de ferro);
- deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35 g e misturar bem a solução;
- transferir 12 g (10 ml) da solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) para microdestilador Kjeldahl;
- paralelamente colocar 25 ml de solução de ácido bórico a 4% em erlenmeyer de 125 ml, adicionando a esta solução 5 gotas do indicador misto;
- inserir a extremidade livre do destilador na solução, tendo o cuidado de mantê-la sempre imersa até o final da destilação;
- adicionar à solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) 2 ml de soda 30% e proceder à destilação da amônia, a vapor, durante 5 minutos;
- titular o volume destilado, depois de frio, com solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01N, até a mudança da cor roxa ou azulada para rósea;
- finalmente, proceder à prova em branco e cálculos conforme o método 2.4.1.



---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte 2 - Análises químicas

Método 2.4

---

NITROGÊNIO TOTAL  
KJELDAHL POR DESTILAÇÃO A VAPOR

2.4

2.4.2 (cont.)

---

Preparo de soluções:

- O preparo das soluções é idêntico ao método 2.4.1

Referência: Bremner (1960).

---

|  |            |
|--|------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |            |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.5 |
| <hr/>  |            |
| RELAÇÃO C/N  | 2.5 (U)    |
| <hr/>  |            |

Calculada em função dos valores obtidos para o carbono orgânico e nitrogênio:

% Carbono / % Nitrogênio

## FÓSFORO ASSIMILÁVEL

2.6 (U)

Método colorimétrico pelo ácido ascórbico, utilizando como solução extratora o HCl 0,05 N e o  $H_2SO_4$  0,025 N:

- colocar 10 ml de terra fina em erlenmeyer de 125 ml e adicionar 100 ml da solução extratora;
- agitar em agitador circular horizontal durante 5 minutos; não é necessário tampar o erlenmeyer;
- deixar a amostra em repouso durante uma noite, tendo-se antes o cuidado de desfazer os montículos de terra que se formam na parte central do fundo do erlenmeyer;
- pipetar, sem filtrar, 25 ml da parte sobrenadante e colocar em recipientes plásticos de aproximadamente 30 ml;
- pipetar 5 ml, colocar em erlenmeyer de 125 ml para a determinação de fósforo e deixar o restante para as determinações de  $Na^+$  e  $K^+$  (se for o caso);
- adicionar 10 ml da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" de ácido ascórbico em pó;
- colocar em agitador circular horizontal e agitar durante 1 a 2 minutos;
- deixar a amostra desenvolvendo a cor durante 1 hora e em seguida proceder à leitura da densidade ótica no fotolorímetro, usando filtro vermelho de comprimento de onda igual a 660 m $\mu$ ;
- calcular a quantidade de fósforo assimilável existente na amostra pela seguinte expressão:

Leitura  $\times F_p = \text{ppm de P}/100 \text{ g de terra fina}$ , sendo  $F_p$  obtido conforme descrito posteriormente.

OBS: no caso de a amostra possuir elevada concentração de fósforo, diluir a solução até que seja possível a leitura no fotolorímetro; para maior facilidade operacional, essa diluição pode ser feita adicionando-se quantidades iguais de 15 ml de água destilada à amostra ou suas múltiplas

## FÓSFORO ASSIMILÁVEL

2.6 (cont.)

Preparo de soluções:

- solução extratora HCl 0,05 N e  $H_2SO_4$  0,025 N: adicionar 4,3 ml de HCl concentrado  $d=1,19$  e 0,69 ml de  $H_2SO_4$   $d = 1,84$  a mais ou menos 500 ml de água destilada contida em balão aferido de 1 litro; agitar e completar o volume;
- solução ácida de molibdato de amônio (concentrada): colocar 2 g de  $(BiO_2)_2CO_3$  (subcarbonato de bismuto) em aproximadamente 250 ml de água destilada, contida em balão aferido de 1 litro; juntar, em seguida, 150 ml de ácido sulfúrico concentrado e agitar até dissolução completa do sal de bismuto; deixar esfriar e adicionar solução completa recém-preparada de molibdato de amônio (20 g para 200 ml de água destilada); agitar e completar o volume para 1 litro;
- solução ácida de molibdato de amônio (diluída): colocar 300 ml da solução concentrada do molibdato em balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada; guardar em vidro escuro;
- solução padrão de fósforo (25 ppm): pesar 0,2195 g de  $KH_2PO_4$ , previamente seco em estufa, e dissolver em água destilada em balão de 2 litros; adicionar 3 ml de  $H_2SO_4$  concentrado e completar o volume;
- soluções padrão de fósforo (diluídas): pipetar, para balões aferidos 250 ml, 10 - 20 - 30 - 40 ml da solução anterior e completar o volume com a solução extratora; as quatro soluções possuem as concentrações de 1 - 2 - 3 e 4 ppm de fósforo, respectivamente; colocar em vidros e registrar as concentrações em rótulos;
- determinação do fator  $F_p$ : colocar, em tubos de ensaio de 50 ml, 5 ml de cada uma das soluções diluídas, adicionar 10 ml da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" de ácido ascórbico; proceder da mesma forma indicada para a amostra e anotar as leituras correspondentes a cada padrão; traçar uma curva e determinar o fator da mesma.

O fator  $F_p$  corresponde ao fator da curva multiplicado por 10, devido à diluição da amostra durante o processo analítico.

FÓSFORO ASSIMILÁVEL

2.6 (cont.)

---

Referências: Ramos e Marques (1950); Strauss (1951); Anastácio (1968);  
Vettori (1969); Sá Junior et alii (1974); Freitas (1974).

TROCÁVEIS: EXTRAÇÃO  
MÉTODO DO CLORETO DE POTÁSSIO NORMAL

2.7  
2.7.1 (U)

- pesar 7,5 g de terra fina, colocar em erlenmeyer de 250 ml e adicionar 150 ml de solução de KCl N;
- fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia;
- depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite;
- pipetar para erlenmeyer de 200 ml duas alíquotas de 50 ml da parte sobrenadante da solução, para determinação de alumínio, cálcio + magnésio e cálcio conforme métodos 2.9 e 2.10.

Preparo de soluções:

- solução de KCl normal: pesar 74,6 g do sal, previamente seco em estufa, para cada litro de solução a ser preparada;

Referências: McLean et alii (1958); Vettori (1969).

TROCÁVEIS- EXTRAÇÃO  
MÉTODO DO ÁCIDO CLORÍDRICO 0,05 N

2.7  
2.7.2(U)

- pesar 10 g de terra fina, colocar em erlenmeyer de 200 ml e adicionar 100 ml da solução de ácido clorídrico 0,05 N;
- fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia;
- depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite;
- filtrar e, no filtrado, determinar o sódio e o potássio em fotômetro de chama, diretamente ou em alíquotas diluídas conforme os teores de Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup> existentes na amostra, pelos métodos 2.13 e 2.12.

Preparo de soluções:

- Solução de HCl 0,05 N: preparar por diluição a partir de produtos concentrados de ótima qualidade!

Referência: Vettori (1969).

|   |            |
|---|------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análises de solo |            |
| Parte 2 - Análises químicas                           | Método 2.7 |
| TROCÁVEIS-EXTRAÇÃO                                    | 2.7        |
| MÉTODO DO ACETATO DE CÁLCIO NORMAL A pH 7,0           | 2.7.3 (U)  |

- pesar 10 g de terra fina, colocar em erlenmeyer de 200 ml e juntar 150 ml de solução de acetato de cálcio pH 7,0 ;
- fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia;
- depois da última agitação, desfazer o montículo que fica na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite;
- utilizar a parte sobrenadante da solução para a determinação da acidez trocável ( $H^+ + Al^{+++}$ ), conforme método 2.15.

OBS: foi preferido um único extrator para cálcio, magnésio e alumínio, a fim de tornar mais verdadeira a relação entre  $Al^{+++}$  e  $(S + Al^{+++})$ , uma vez que a soma das bases (S) é, na sua maior parte, composta de  $Ca^{++}$  e  $Mg^{++}$ ; outra vantagem do uso do cloreto de potássio normal é a pequena solubilidade dos carbonatos alcalino-terrosos no mesmo, possibilitando seu emprego em solos com calcário.

#### Preparo de soluções:

- solução de acetato de cálcio normal a pH 7,0: pesar 80 g do sal para cada litro de solução a ser preparada, dissolvendo em água destilada; aferir com o potenciômetro, a solução para pH 7,0 a 7,1, empregando ácido acético glacial ou hidróxido de cálcio.

Referência: Vettori (1969).



## ALUMÍNIO TROCÁVEL

2.8 (U)

Método volumétrico e titulação pelo hidróxido de sódio:

- em uma das duas alíquotas de 50 ml referida no item 2.7.1, adicionar 3 gotas do indicador azul de bromotimol e titular com solução de NaOH 0,025 N, até coloração verde-azulada persistente;
- calcular a percentagem de alumínio trocável pela seguinte expressão:

ml de NaOH gasto x "f" = meq Al<sup>+++</sup> / 100 g da terra fina

OBS: nesta determinação não se usa a prova em branco por ser o cloreto de potássio derivado de um ácido forte e uma base forte; o Ca<sup>++</sup> e o Mg<sup>++</sup> são determinados nessa mesma alíquota conforme métodos 2.9 e 2.10.

Preparo de soluções:

- indicador azul de bromotimol: pesar 0,1 g do indicador, colocar em almofariz de quartzo e adicionar 1,6 ml de NaOH 0,1 N; triturar até dissolução completa; caso a cor verde desapareça, adicionar mais algumas gotas de NaOH, passar o resíduo (com água destilada) para balão de 100 ml e completar o volume;
- solução de NaOH 0,025 N: pipetar 25 ml da solução normal de NaOH para balão aferido de 1 litro, completando o volume com água destilada.

ALUMÍNIO TROCÁVEL 2.8 (cont.)

---

Referências: Kaster e Poetsch (1953); Lopes (1959); Lin e Coleman (1965);  
McLean et alii (1958); Kamprath (1970); Olmos e Camargo (1976).

## CÁLCIO + MAGNÉSIO TROCÁVEIS

2.9 (U)

Método complexométrico e titulação pelo EDTA:

- no erlenmeyer onde foi feita a titulação do  $Al^{+++}$  trocável, adicionar 1 gota de água de bromo para destruir o azul de bromotimol;
- adicionar 6,5 ml do coquetel tampão e 4 gotas do indicador eriochrome black e titular, imediatamente, com a solução de EDTA 0,0125 N, até viragem da cor vermelho-arroxeadada para azul puro ou esverdeada (com esta titulação são determinados conjuntamente  $(Ca^{++} + Mg^{++})$ );
- anotar o volume de EDTA gasto;

Preparo de soluções:

- coquetel tampão; solução tampão pH 10: dissolver 67,5 g de  $NH_4Cl$  em 200 ml de água destilada e colocar em balão aferido de 1 litro; em seguida adicionar 600 ml de  $NH_4OH$  concentrado, 0,616 g de  $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$  e 0,930 g de EDTA, sal dissódico; agitar bem até dissolver e completar o volume; verificar a "neutralidade" da solução em relação ao EDTA e ao magnésio, colocando 50 ml de água em erlenmeyer de 125 ml, 3 ml da solução tampão e 4 gotas de eriochrome black; a cor avermelhada deverá virar para azul puro pela adição de uma gota do EDTA 0,0125 M; misturar 300 ml da solução tampão pH 10 com 300 ml de trietanolamina e 50 ml de cianeto de potássio, agitar e guardar em frasco próprio;
- solução de EDTA 0,0125 M: pesar 4,653 g do EDTA p.a. previamente seco em estufa e dissolver em água destilada contida em balão de 1 litro, completando o volume;
- indicador eriochrome black: dissolver 100 mg do indicador em 25 ml de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro; esta solução deve ser usada recém-preparada devido à facilidade de se deteriorar;
- murexida: pesar 0,5 g do indicador, colocar em gral de porcelana e mistu-

CÁLCIO + MAGNÉSIO TROCÁVEIS

2.9 (cont.)

---

rar com 100 g de sulfato de potássio seco em pó triturando bem; guardar em vidro escuro;

- solução de KOH a 10%: pesar 100 g, colocar em balão aferido de 1 litro contendo água, dissolver completamente e completar o volume.

Referências: Del Negro e Vettori (1938); Horowitz (1952); Vettori (1969).

CÁLCIO TROCÁVEL

2.10 (U)

- no segundo erlenmeyer, colocar 2 ml de trietanolamina a 50%, 2 ml de KOH a 10% e uma "pitada" de murexida (cerca de 50 mg); titular com solução de EDTA 0,0125 M até viragem da cor rósea para roxa;
- anotar o volume de EDTA gasto, que corresponde ao cálcio existente;
- calcular a percentagem de cálcio na amostra de acordo com a seguinte expressão:

ml de EDTA gasto x "f" = meq de  $\text{Ca}^{++}$  / 100 g de terra fina

OBS: No lugar de KOH pode ser usado NaOH.

- Preparo de soluções: ver método 2.9.

Referências: Del Negro e Vettori (1938); Horowitz (1952); Vettori (1969).

MAGNÉSIO TROCÁVEL

2.11 (U)

---

- calculado pela diferença entre os valores de  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  (método 2.9) e  $Ca^{++}$  (método 2.10).

## POTÁSSIO TROCÁVEL

2.12 (U)

Método fotométrico ou espectrofotométrico:

- passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05 N (método 2.7.2) no fotômetro de chama ou espectrofotômetro, utilizando o filtro próprio do potássio;
- fazer a leitura em absorvância; diluir a solução caso a leitura ultrapasse a do padrão utilizado;
- calcular a quantidade de potássio existente na amostra de acordo com a seguinte expressão:

Leitura da amostra x diluição x  $f_k = \text{meq}^{K^+} / 100 \text{ g de terra fina}$ ;

- para obtenção do fator  $f_k$ , preparar 4 soluções padrão de  $K^+$  e  $Na^+$  contendo cada uma 0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 meq/l.

Preparo de soluções:

- solução padrão de KCl e NaCl (1 meq/l): pesar 0,0746g de KCl e 0,0585 g de NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl 0,05 N até completar o volume de 1 litro;
- soluções padrão de  $K^+$  e  $Na^+$ : pipetar para balões aferidos de 500 ml as seguintes quantidades da solução anterior: 50, 100, 150 e 200 ml; completar o volume com solução de HCl 0,05 N; transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de 0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 meq/l, respectivamente;
- passar essas 4 soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,2 meq de  $K^+$  ou  $Na^+$  represente exatamente a metade da escala do galvanômetro;
- traçar o gráfico leitura x concentração e determinar o fator  $f_k$ .

---

|  |              |
|--|--------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |              |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.12  |
| POTÁSSIO TROCÁVEL                                    | 2.12 (cont.) |

---

Preparo de soluções:

- já indicado na marcha analítica.

Referências: Del Negro e Vettori (1938); Paiva Netto et alii (1950); Cattani e Kupper (1949); Horowitz (1952); Feigenbaum e Hagin (1967); Vettori (1969); Castro et alii (1972 a).



## SÓDIO TROCÁVEL

2.13 (U)

Método fotométrico ou espectrofotométrico:

- passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05 N (método 2.7.2) no fotômetro ou espectrofotômetro, utilizando o filtro próprio do  $\text{Na}^+$ ;
- proceder à leitura do aparelho; diluir a solução quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho;
- calcular a quantidade de  $\text{Na}^+$  na amostra pela seguinte expressão:

Leitura da amostra x diluição x  $f_{\text{Na}}$  = meq  $\text{Na}^+$  / 100 g de terra fina

- para a obtenção do fator  $f_{\text{Na}}$ , preparar 4 soluções padrão contendo 0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 meq/l de  $\text{Na}^+$ , conforme indicado no método 2.12, determinar a curva, ou traçar o gráfico leitura x concentração de  $\text{Na}^+$ , para o cálculo do fator  $f_{\text{Na}}$ .

OBS: a solução padrão de sódio pode ser preparada isoladamente; entretanto, como as determinações dos trocáveis envolvem as duas determinações ( $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$ ), uma só solução torna-se mais prática; quando se trata de solos muito ricos em  $\text{Na}^+$ , há necessidade de se proceder a várias diluições para se poder atingir a escala do aparelho.

Preparo de soluções:

- solução padrão de sódio: ver descrição no método 2.12

Referências: Del Negro e Vettori (1938); Paiva Netto et alii (1950); Horowitz (1952); Vettori (1969).

VALOR S ( SOMA DAS BASES ) 2.14 (U)

---

Calculado e expresso em meq por 100 g de terra fina seca em estufa pela seguinte expressão:

$$\text{meq \% (Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^{+} + \text{Na}^{+}) = S \text{ em meq/100 g de terra fina}$$

Referências: Setzer (1941); Brasil IQA (1949); Vettori (1969).

ACIDEZ TROCÁVEL ( $H^+ + Al^{+++}$ )

2.15 (U)

Método volumétrico e titulação pelo hidróxido de sódio:

- pipetar 100 ml da solução sobrenadante obtida com acetato de cálcio (método 2.7.3) e passar para erlenmeyer de 200 ml (evitar o arraste de partículas de solo);
- adicionar 5 gotas da solução de fenolftaleína a 3% e titular com a solução de 0,0606 N de NaOH até o desenvolvimento de cor rósea persistente;
- para cada série de amostras utilizar uma prova em branco;
- calcular a percentagem de ( $H^+ + Al^{+++}$ ) pela seguinte expressão:

$$\frac{(\text{ml NaOH da amostra} - \text{ml NaOH da prova em branco}) \times "f"}{100 \text{ g de terra fina}} = \text{meq}(H^+ + Al^{+++})$$

"f" = fator de correção para TFSE

OBS: O emprego de NaOH 0,0606 N elimina o fator 1,65 usualmente utilizado no cálculo de ( $H^+ + Al^{+++}$ ).

Preparo de soluções:

- indicador fenolftaleína 3%: pesar 3 g do indicador e dissolver em álcool etílico, completando o volume para 100 ml;
- solução de hidróxido de sódio 0,0606 N: preparar a partir de solução padrão de NaOH através de diluições de ampolas vendidas no comércio.

Referências: Setzer (1941); Mohr (1950); Kaster e Poetsch (1953); Ramos e Kehrig (1950); Freitas et alii (1968); Vettori (1948) (1969); Castro et alii (1972 a); Carvalho s.d.

HIDROGÊNIO TROCÁVEL

2.16 (U)

---

- calculado pela diferença entre os valores de acidez trocável ( $H^+ + Al^{+++}$ ) obtida pelo método 2.15 e de alumínio trocável método 2.8.

$$\text{meq \% } [(H^+ + Al^{+++}) - \text{meq \% } Al^{+++}] = \text{meq } H^+ / 100 \text{ g de terra fina}$$

OBS: determinado em amostras com pH em água abaixo de 7,0

Referências: Pratt e Alvahydo (1966); Vettori (1969).

---

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.17 |

---

|  |          |
|--|----------|
| VALOR T (CAPACIDADE TOTAL DE TROCA DE CATIONS) | 2.17 (U) |
|--|----------|

---

- calculado somando-se algebricamente os seguintes valores:

$$S + (H^+ + Al^{+++}) = T \text{ em meq / 100 g de terra fina}$$

Referências: Van Raij (1969); Vettori (1969).

VALOR V (PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO DE BASES) 2.18 (U)

---

- calculado pela seguinte expressão:

$$V \% = 100 S/T$$

OBS: representa a participação das bases trocáveis em relação ao total de cations no complexo.

---

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.19 |
| SATURAÇÃO COM ALUMÍNIO                               | 2.19 (U)    |

---

- calculado pela seguinte expressão:

$$100 \frac{Al^{+++}}{S + Al^{+++}}$$

OBS: esta relação é empregada na separação de classes de solos quanto ao caráter álico.

Referências: Vettori (1969); Camargo (1976).

---

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.20 |
| <hr/>  |             |
| SATURAÇÃO COM SÓDIO                                  | 2.20 (U)    |
| <hr/>  |             |

- calculado pela seguinte expressão:

$$100 \cdot \text{Na}^+ / \text{T}$$

OBS: este valor é utilizado na classificação de solos salinos, sódicos e não salinos.

Referência: Richards et alii (1954).



## ATAQUE ALCALINO (FRAÇÃO ARGILA)

2.21 (E)

Método da fusão com carbonato de sódio:

- pesar uma quantidade de argila, da ordem de 0,2 a 0,5 g bem triturada e homogeneizada, seca em estufa a 110°C e colocar em cadinho de platina;
- adicionar 5 a 6 g de carbonato de sódio anidro, misturando bem a argila com esse material, com a ajuda de um fio de platina;
- cobrir o cadinho com a tampa e colocar em forno mufla, elevando a temperatura, gradativamente, até atingir 1.100 a 1.200°C, deixando nessa temperatura durante 1 hora;
- retirar o cadinho por meio de pinça e, com a temperatura ainda elevada, mergulhar, parcialmente, o fundo do cadinho em cápsula de porcelana contendo 200 a 250 ml de água; com essa operação a pastilha formada deve soltar-se do cadinho;
- passar a pastilha para a cápsula, lavar bem o cadinho e a tampa com água quente;
- cobrir a cápsula com vidro de relógio e adicionar vagarosamente, 30 ml de ácido clorídrico concentrado (por meio de bureta), agitando a solução com bastão de vidro e prevenindo perdas de material pela efervescência produzida;
- deixar a amostra em repouso até completar a reação e, em seguida, levar o vidro de relógio para dentro da cápsula; adicionar mais 1 a 2 ml do ácido para constatar a completa dissolução dos carbonatos;
- colocar a cápsula em banho-maria e deixar evaporar até a secura;
- adicionar 10 ml de ácido clorídrico concentrado e, após alguns minutos, 20 a 30 ml de água destilada;
- evaporar novamente em banho-maria, adicionar água destilada e transferir todo o resíduo para papel de filtro sem cinzas colocado em funil recebendo o filtrado em balão aferido de 250 ml; nesta operação deve ser usado bastão com ponta de borracha e solução de ácido clorídrico a 5%; continuar a lavagem até completar o volume do balão;

ATAQUE ALCALINO (FRAÇÃO ARGILA)

2.21 (cont.)

---

- utilizar o resíduo que ficou no papel de filtro para determinação de  $\text{SiO}_2$  e o filtrado para as determinações de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$ , conforme a metodologia descrita para determinação destes.

OBS: a argila utilizada nessa determinação deve ser obtida especialmente para este fim, ou empregar, quando for possível, a argila dispersa em água.

Referência: Brasil IQA (1949).

## ATAQUE SULFÚRICO (TERRA FINA)

2.22 (U)

- pesar 1 g de terra fina e colocar em erlenmeyer de 500 ml (previamente testado quanto à qualidade do vidro) ou em recipiente de teflon;
- adicionar 20 ml de ácido sulfúrico diluído de 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação;
- deixar esfriar, adicionar 50 ml de água destilada e filtrar para balão aferido de 250 ml, lavando o resíduo com água destilada até completar o volume;
- utilizar o filtrado para as determinações de ferro, alumínio, titânio, manganês e fósforo total, e o resíduo que fica no papel, para determinação da sílica;

OBS: O ácido sulfúrico 1:1 substitui a solução anteriormente usada de ácido sulfúrico  $d = 1,47$ , visando a maior facilidade na sua preparação.

Preparo de soluções:

- ácido sulfúrico diluído de 1:1: medir 500 ml de  $H_2SO_4$  concentrado  $d=1,84$  e colocar, vagarosamente, em bêcher de 2 litros contendo 500 ml de água destilada; deixar esfriar e colocar em vidro próprio.

Referências: Kehrig e Aguiar (1949); Ramos e Kehrig (1950); Vettori (1969); Benema (1974); Van Raij e Valladares (1974); Duriez (1974); Antunes et alii (1975).

---

|                                     |            |
|-------------------------------------|------------|
| $\text{SiO}_2$                      | 2.23       |
| MÉTODO GRAVIMÉTRICO (FRAÇÃO ARGILA) | 2.23.1 (E) |

---

- no resíduo da fração argila (método 2.21) determinar a percentagem de  $\text{SiO}_2$  conforme segue:
- colocar o papel de filtro com o resíduo em cadinho de porcelana ou de platina recém-pesado, secar em estufa a  $110^\circ\text{C}$  durante algumas horas e calcinar em forno mufla a  $900 - 1.000^\circ\text{C}$  durante uma hora;
- esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g;
- calcular a percentagem de  $\text{SiO}_2$  de acordo com a seguinte expressão:

$$\% \text{SiO}_2 = 100 \times \text{peso do resíduo após calcinação} / \text{peso da amostra (argila)}$$

Referência: IQA (1949).

Sesquióxidos na fração argila:

- utilizar os métodos indicados para o extrato sulfúrico; calcular os diversos sesquióxidos por 100 g de argila e transformar os resultados em percentagem de terra fina em função do valor da argila da análise granulométrica.

SiO<sub>2</sub>

2.23

MÉTODO GRAVIMÉTRICO (TERRA FINA)

2.23.2 (E)

- passar o resíduo que ficou retido no papel de filtro, com auxílio de pisseta contendo água destilada (usar aproximadamente 150 ml), para o mesmo erlenmeyer onde foi feito o ataque sulfúrico; esta operação é facilitada colocando-se o papel de filtro aberto em funil grande, preso em suporte, e aplicando-se a seguir um jato fino e forte de água;
- adicionar 4 ml de solução de N-OH a 30% e colocar o erlenmeyer em placa elétrica até início de fervura, usando sistema de refrigeração;
- deixar esfriar e transferir tudo para balão aferido de 200 ml (ou acertar a 201,2 g), com auxílio de pisseta; completar o volume com água destilada;
- filtrar e receber o filtrado límpido em frasco de polietileno (desprezar os dois primeiros filtrados);
- este filtrado é também utilizado na determinação de SiO<sub>2</sub> pelo método colorimétrico, 2.23.3;
- pipetar 50 ml do filtrado e colocar em bēcher de 250 ml de forma baixa;
- adicionar, cuidadosamente, 25 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado e 5 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado;
- aquecer em banho-de-areia até formação de fumaças brancas;
- deixar esfriar, adicionar 100 ml de água destilada, agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma hora;
- filtrar, empregando papel de filtro de poros abertos, e lavar com água destilada até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de sulfatos com solução 5% de cloreto de bário (precipitado branco);
- colocar o papel de filtro com o resíduo em cadinho de porcelana ou platina recém-pesado, secar em estufa a 105°C durante algumas horas e calcinar em forno mufla a 900 - 1.000°C, durante 1 hora;
- esfriar em dessecador e pesar, com aproximação de 0,0001 g;
- calcular a percentagem de SiO<sub>2</sub> na amostra pela seguinte expressão:

peso do resíduo x 200 x "f" = % de SiO<sub>2</sub> na terra fina

|  |                |
|--|----------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |                |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.23    |
| SiO <sub>2</sub>                                     | 2.23           |
| MÉTODO GRAVIMÉTRICO (TERRA FINA)                     | 2.23.2 (cont.) |

OBS: Para amostras de baixo teor de carbono, pode-se omitir a adição do ácido nítrico.

No caso de se usar erlenmeyer de vidro, não deixar ultrapassar de 1 hora o tempo de contacto com a solução alcalina; quando se trabalha em série, transferir o conteúdo do erlenmeyer para bēcher metálico, antes de iniciar a filtragem.

Preparo de soluções:

- solução de NaOH a 30%: pesar 300 g do NaOH e dissolver em água destilada, completando o volume para 1 litro.
- solução de BaCl<sub>2</sub> a 5%: pesar 25 g do sal e dissolver em água destilada, completando o volume a 500 ml.

Referências: Morrison e Wilson (1963 a) (1963 b); Strickland (1972); Marcel (1956); Vettori (1969); Ilchenko e Mendes (1956); Kehrig e Aguiar (1949); Van Raij e Valladares (1974); Vettori e Figueiredo (1950).



2.23

## MÉTODO COLORIMÉTRICO(TERRA FINA)

2.23.3 (U)

- pipetar 0,2 ml do filtrado com micropipeta (pipeta Seligson, USA) e colocar em copo plástico de 150 ml;
- adicionar aproximadamente 50 ml de água destilada, e, com controle de tempo da aplicação dos reagentes (tolerância de mais ou menos 1 minuto), adicionar 2,5 ml da solução de molibdato de amônio; após 10 minutos, juntar 2,5 ml de solução de ácido tartárico e, depois de decorridos mais ou menos 5 minutos, 30 mg de ácido ascórbico, como redutor;
- passar o conteúdo para balão aferido de 100 ml e completar o volume com água destilada;
- deixar o balão em repouso para desenvolvimento da cor, e após 12 horas, nunca depois de 24 horas, proceder à leitura da solução em espectrofotômetro entre os intervalos de 695 m $\mu$  e 820 m $\mu$ ;
- para obtenção da percentagem de sílica na amostra, preparar 3 padrões, em duplicata, de solução contendo 12,5 a 13,0% de  $\text{SiO}_2$ , proveniente de amostras de solo; o teor de sílica é controlado trimestralmente pelo processo gravimétrico;
- pipetar 0,05, 0,10 e 0,20 ml deste extrato e proceder da mesma forma descrita para a amostra; determinar os valores das leituras no espectrofotômetro correspondentes a cada solução, e empregar o valor médio para o cálculo do fator de conversão da leitura em percentagem de sílica;
- calcular o teor de  $\text{SiO}_2$  na amostra de acordo com as seguintes expressões:
  - (1) - quando a leitura da amostra não ultrapassara leitura do padrão de 0,1 ml:
 
$$\text{Leitura da amostra} \times f_1 = \% \text{ de } \text{SiO}_2 \text{ na terra fina}$$
 sendo  $f_1 =$  concentração de  $\text{SiO}_2$  da solução padrão, em percentagem / leitura do padrão correspondente a 0,1 ml (média das duas determinações);
  - (2) - quando a leitura da amostra for maior que a leitura do padrão de 0,1 ml.

|                                   |                |
|-----------------------------------|----------------|
| SiO <sub>2</sub>                  | 2.23           |
| MÉTODO COLORIMÉTRICO (TERRA FINA) | 2.23.3 (cont.) |

(Leitura da amostra - leitura do padrão 0,1 ml) x  $f_2$  + 12,5

sendo  $f_2$  = concentração de SiO<sub>2</sub> da solução padrão, em percentagem/diferença entre as leituras do padrão 0,2 ml e 0,1 ml (isto porque a leitura do último padrão não obedece mais à lei de Beer).

OBS: as leituras das amostras deverão ficar entre 100 e 300 mμ para a alíquota de 0,2 ml; efetuar diluições ou tomar alíquotas maiores que 0,2 ml, quando necessário, para obter essa condição.

Preparo de soluções:

- solução ácida de molibdato de amônio: dissolver 89 g do sal em aproximadamente 600 ml de água destilada e adicionar, lenta e continuamente 62 ml de ácido sulfúrico concentrado e previamente diluído a 100 ml com água destilada, agitando constantemente; deixar esfriar, transferir para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada;
- ácido ascórbico: empregar o sal puro p.a. (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>), ± 30 mg, ou em solução recém-preparada de igual concentração.

Referências: Kéhrig e Aguiar (1949); Ramos e Kéhrig (1950); Vettori (1969).



| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
|--|-------------|
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.24 |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO  | 2.24 (U)    |

Método complexométrico pelo EDTA

1a. parte - destruição da matéria orgânica:

- pipetar 20 ml do extrato sulfúrico (método 2.22) e colocar em bēcher de 300 ml de forma alta;
- adicionar 2,5 ml da solução de HCl + HNO<sub>3</sub> e ferver por alguns minutos, até completa destruição da matéria orgânica (desaparecimento da cor escura);
- repetir a operação quando a destruição não for completa.

2a. parte - determinação de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:

- adicionar 25 a 30 ml de água destilada e ajustar o pH da solução para 1,5, em potenciômetro, empregando solução de HCl 1:1 e NH<sub>4</sub>OH concentrado, quando for o caso;
- adicionar, em seguida, 1 ml da solução de ácido sulfossalicílico como indicador e aquecer até temperatura aproximada de 60°C;
- titular com solução de EDTA 0,01 M, passando a coloração de vermelho para amarelo (observar que a reação é lenta);
- após a titulação separar o bēcher com a solução, para ser empregada na determinação de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;
- calcular o teor de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na amostra de acordo com a seguinte expressão:

$$\% \text{ de Fe}_2\text{O}_3 = \text{ml EDTA } 0,01 \text{ M gasto} \times "f"$$

OBS: o ferro pode ser determinado com o EDTA a pH 2,0 a 2,2; entretanto, quando se usa a mesma alíquota para determinação do alumínio, é recomendável baixar esse pH a 1,5, a fim de tornar a determinação do ferro mais seletiva.

$Fe_2O_3$  NO EXTRATO SULFÚRICO

2.24. (cont.)

Preparo de soluções:

- ácido clorídrico 1:1: adicionar 500 ml de água destilada em proveta de 1 litro e juntar 500 ml de HCl concentrado;
- ácido clorídrico + ácido nítrico 1:4: colocar 50 ml de solução de HCl 1:1 em proveta de 250 ml e adicionar, vagarosamente, 200 ml de ácido nítrico concentrado; agitar, homogeneizar e guardar em vidro escuro;
- ácido sulfossalicílico 5%: pesar 50 g do produto e dissolver em água destilada, contida em balão de 1 litro, agitar até dissolver e completar o volume;
- EDTA 0,01 M: pesar, exatamente, 3,7224 g do sal (etileno-diamino-tetra-acetato de sódio) e dissolver em água destilada contida em balão aferido de 1 litro, agitar até completa dissolução e completar o volume;
- guardar em recipiente de polietileno e padronizar com solução de cloreto de cálcio 0,01 M;
- cloreto de cálcio 0,01 M: pesar 1 g de  $CO_3Ca$  puro p.a. e colocar em bēcher de 250 ml; umedecer e em seguida aplicar, gota a gota, ácido clorídrico concentrado, até total dissolução do sal; aquecer caso seja necessário; transferir para balão aferido de 1 litro, lavar bem o bēcher e completar o volume.

Referências: Brasil IQA (1949); Kehrig e Aguiar (1949); Ilchenko e Mendes (1953); Van Haij e Valladares (1974); Duriez (1974), Perraut et alii (1976).

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO

2.25 (U)

Método complexométrico pelo CDTA e titulação com o sulfato de zinco:

- após a dosagem de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pelo EDTA, adicionar 10 ml da solução de CDTA, 10 ml da solução tampão de acetato de amônio pH 4,5, 50 ml de álcool etílico e 2 ml de solução de ditizona (recém-preparada);
- titular o excesso de CDTA com solução de sulfato de zinco, até viragem de cor verde-acinzentada para cor rosa-forte, sendo esta mudança nítida e instantânea;
- paralelamente, empregar uma prova em branco e determinar o volume de sulfato de zinco necessário para reagir com 10 ml do CDTA;
- calcular o teor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na amostra pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de Al}_2\text{O}_3 = (\text{ml de ZnSO}_4 \text{ na amostra} - \text{ml de ZnSO}_4 \text{ na prova em branco}) \times x \text{ "f"}$$

OBS: este método determina conjuntamente o alumínio e o titânio, sendo pois necessário descontar o TiO<sub>2</sub> obtido pelo método 2.24 para ter o resultado só de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Em caso de solos com alto teor de TiO<sub>2</sub> (Latosolo Roxo p. ex.) é conveniente recorrer à separação prévia do titânio e ferro por precipitação, para em seguida proceder à determinação do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pelo mesmo método.

Preparo de soluções:

- solução do CDTA 0,031 M: pesar exatamente 10,740 g do ácido 1,2 ciclohexilenodinitrilo - tetracético, colocar em bêcher de 250 ml e adicionar 100 ml de solução de NaOH 2,5%, recém-preparada; agitar bem com bastão de vidro até dissolver; transferir para balão aferido de 1 litro, adicionando água até completar o volume; guardar a solução em depósito de polietileno;

$Al_2O_3$  NO EXTRATO SULFÚRICO

2.25 (cont.)

- acetato de amônio de pH 4,5: colocar 6 ml do ácido acético ( $C_2O_2H_4$ ) glacial a ser utilizado em balão aferido de 50 ml, contendo este 40 ml de água destilada; homogeneizar e completar o volume; transferir a solução para erlenmeyer de 125 ml, adicionar 2 gotas de azul de bromotimol e titular com  $NH_4OH$  concentrado até a viragem do azul para o verde, anotando o volume gasto; em seguida preparar a solução tampão, colocando 120 ml do ácido acético em balão aferido de 1 litro contendo 500 ml de água destilada e adicionar, pouco a pouco, agitando, a quantidade de  $NH_4OH$  gasto na titulação anterior multiplicada por 10; agitar e completar o volume;
- álcool etílico absoluto: utilizar o produto comercial;
- solução de ditizona a 0,025%: pesar 0,025 g de ditizona (difeniltiocarbazona) e dissolver em 100 ml de álcool etílico p.a.; esta solução é instável, podendo ser usada no máximo por 2 a 3 dias se colocada em geladeira;
- solução de sulfato de zinco 0,0156 M: pesar 4,5190 g de  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ , colocar em balão aferido de 1 litro contendo água destilada, agitar, homogeneizar e completar o volume.

Referências: Kehrig e Aguiar (1949); Kehrig e Sette (1952); Ilchenko e Mendes (1956); Van Haij e Valladares (1974); Duriez (1974).

$TiO_2$  NO EXTRATO SULFÚRICO

2.26 (U)

Método colorimétrico por oxidação com água oxigenada:

- pipetar 25 ml do extrato sulfúrico (método 2.22), colocar em balão aferido de 50 ml e adicionar 4 ml de ácido sulfúrico 1:1;
- adicionar, gota a gota, solução de permanganato de potássio até persistência de coloração violeta, e aquecer até próximo à fervura (80 a 90°C), durante 5 minutos; caso a coloração desapareça, adicionar mais algumas gotas de permanganato;
- juntar, gota a gota, solução de ácido oxálico a 10%, até completo descoloramento, evitando excesso deste redutor;
- deixar esfriar, juntar 1 ml de ácido fosfórico concentrado, 7 gotas de perhidrol ou 3 ml de água oxigenada a 30 volumes, agitar e completar o balão com água destilada;
- depois de algumas horas (a coloração é estável durante alguns dias) medir a absorvância a 430 m $\mu$  e anotar a leitura;
- para o cálculo do teor de  $TiO_2$  na amostra, preparar 3 soluções padrão conforme descrito a seguir:
- colocar 1, 2, e 4 ml da solução de  $TiO_2$  (1 g/litro) em balão aferido de 50 ml, adicionar  $\pm$  20 ml de água destilada, 6 ml de  $H_2SO_4$  1:1, 1 ml de  $H_3PO_4$  a 50% e 7 gotas de perhidrol, completar o volume;
- medir em absorvância e anotar os valores das leituras correspondentes a cada padrão;
- calcular os fatores  $f_1$  e  $f_2$  conforme se segue:  
$$f_1 = 1/L_2 \qquad f_2 = 1/L_4 - L_2$$
$$L_2 = \text{leitura de padrão 2 ml}$$
$$L_4 = \text{leitura do padrão 4 ml}$$

---

 $\text{TiO}_2$  NO EXTRATO SULFÚRICO

---

2.26 (cont.)

- a percentagem de  $\text{TiO}_2$  na amostra é calculada pelas seguintes expressões:

$$\% \text{ de } \text{TiO}_2 = \text{leitura da amostra} \times f_1, \text{ ou}$$

$$\% \text{ de } \text{TiO}_2 = (\text{leitura da amostra} - \text{leitura do padrão } 2 \text{ ml}) \times f_2 + 1$$

OBS: usar o fator  $f_2$  quando a leitura da amostra for maior do que a leitura do padrão 2 ml;

- os numeradores das expressões relativas aos fatores  $f_1$  e  $f_2$  são obtidos relacionando-se amostra e padrão;
- os resultados deverão ser multiplicados por 2.

Preparo de soluções:

- ácido sulfúrico 1:1: adicionar 500 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado a idêntico volume de água destilada, contida em proveta de 1 litro;
- permanganato de potássio: empregar solução concentrada de  $\text{KMnO}_4$ ;
- ácido oxálico a 10%: dissolver 100 g do produto p.a. em 600 ml de água destilada contida em proveta de 1 litro, agitar e completar o volume;
- perhidrol ou água oxigenada: utilizar o produto p.a.;

$TiO_2$  NO EXTRATO SULFÚRICO

2.26 (cont.)

- solução padrão de  $TiO_2$  (1 g/litro): pesar 1 g de  $TiO_2$  p.a., colocar em bēcher de 400 ml e adicionar 50 ml de solução de  $H_2SO_4$ , 1:1; aquecer em capela, até o desprendimento de  $SO_3^{--}$ ; adicionar 250 ml de água destilada, agitando continuamente com bastão de vidro para evitar hidrólise e ferver durante alguns minutos; deixar esfriar, transferir para balão aferido de 1 litro e completar o volume (filtrar se necessário); em seguida pipetar 100 ml, colocar em bēcher de 250 ml, aquecer e adicionar, gota a gota, a solução de hidróxido de amônio 1:1 até ligeiro excesso, usando azul de bromotimol como indicador; ferver durante 5 minutos, filtrar em papel de filtro sem cinzas e lavar o precipitado com água quente, até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de sulfatos pelo cloreto de bário a 10%; colocar o papel de filtro em cadinho de porcelana na estufa, durante 1 a 2 horas, e depois em mufla, para calcinar até  $800 - 900^{\circ}C$ , deixando nessa faixa de temperatura durante 1 a 2 horas; esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g; efetuar esta determinação em duplicata e determinar a concentração exata da solução de  $TiO_2$  em função do peso do resíduo depois de calcinado, de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{peso do resíduo} / 0,1 = \text{concentração de } TiO_2 \text{ em g/litro}$$

Referências: Shermann e Kanehiro (1965); Paiva Netto et alii (1950).

## MnO NO EXTRATO SULFÚRICO

2.27 (E)

Método colorimétrico com oxidação pelo periodato de potássio:

- pipetar alíquota de 20 ml ou mais do extrato sulfúrico para bēcher de 100 ml, adicionar 1 ml de ácido nítrico concentrado, aquecer até completa destruição da matéria orgânica;
- adicionar 1 ml de ácido fosfórico concentrado e 0,2 a 0,3 g (1 pitada) de periodato de potássio.
- acrescentar 10 ml de água destilada e ferver por cinco minutos;
- deixar esfriar, transferir a solução para balão aferido de 100 ml, completando o volume com água destilada;
- proceder à leitura em absorvância, após 1 ou 2 horas, em espectrofotômetro ou fotocolorímetro a 550 m ou usar filtro vermelho.

Padrões: pipetar 0,1, 0,2, 0,5 e 1 ml de solução padrão (fixanal) 0,1 N de permanganato de potássio para balão de 100 ml;

- adicionar a cada um dos padrões a mesma quantidade de ácido nítrico, fosfórico e periodato de potássio que foi adicionada às amostras;
- completar o volume dos balões a 100 ml com água destilada e deixar em repouso;
- determinar os fatores de conversão de leituras para percentagem de  $\text{KMnO}_4$  na amostra em função dos padrões do  $\text{KMnO}_4$ , conforme descrito abaixo.

$$f_1 = 0,395 / L_1 = \% \text{ de } \text{KMnO}_4$$

$$f_2 = 1,975 / L_2 = \% \text{ de } \text{KMnO}_4$$

$L_1$  = leitura padrão de 0,1 ml

$L_2$  = leitura padrão de 0,5 ml



MnO NO EXTRATO SULFÚRICO

2.27 (cont.)

---

OBS: os numeradores das expressões relativas aos fatores  $f_1$  e  $f_2$  são obtidos relacionando-se amostra e padrão.

- para expressar os resultados em MnO, multiplicar os valores de  $f_1$  e  $f_2$  pelo fator de conversão 0,4494

Preparo de soluções:

Já indicado na marcha analítica

Referências: Jackson (1958; Vettori (1969); Seiler e Ilchenko (1956);

$P_2O_5$  NO EXTRATO SULFÚRICO

2.28 (E)

- pipetar 1,1 ml do extrato sulfúrico para erlenmeyer de 50 ml e adicionar 10 ml de solução de P total concentrado, diluído na proporção de 2 ml para 7 ml de água destilada;
- juntar uma "pitada" ( $\pm$  15 mg) de ácido ascórbico e agitar até completa dissolução do ácido;
- determinar as leituras em espectrofotômetro ou fotocolorímetro (filtro vermelho), no intervalo compreendido entre 1/2 e 2 horas, devido à instabilidade da cor produzida;
- para o cálculo da quantidade de  $P_2O_5$  na amostra, preparar 3 padrões de fósforo, conforme descrito a seguir:
- pipetar 0,5 - 1 - 2 ml de solução padrão de fósforo contendo 50 mg/l para balões aferidos de 50 ml; juntar um pouco de água e 10 ml do reagente concentrado do fósforo assimilável (compensação de acidez com as amostras provenientes do ataque sulfúrico) e uma "pitada" ( $\pm$  15 mg) de ácido ascórbico; agitar e completar o volume com água destilada.
- calcular o teor de  $P_2O_5$  na amostra pela seguinte expressão

Leitura x f = % de  $P_2O_5$  na terra fina

$$f = 0,125 / L_1$$

$L_1$  = leitura do padrão 1 ml

OBS: 0,125 g de  $P_2O_5$ : foi obtido relacionando-se amostra e padrão; adaptou-se a pipetada de 1,1 ml do extrato sulfúrico para facilitar o trabalho em série.

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO

2.28 (cont.)

Preparo de soluções:

- Solução de molibdato de amônio: em balão aferido de 1 litro, vidro Pyrex, contendo aproximadamente 500 ml de água, juntar 2 g de subcarbonato de bismuto e, rapidamente, 100 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado; com o calor desenvolvido, o sal de bismuto se dissolve; esfriar; a esta solução adicionar outra de 20 g de molibdato de amônio em 200 ml de água, esfriar e completar o volume.
- Solução padrão de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> contendo 50 mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> por litro: dissolver 0,0958g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> em água destilada, juntar 3 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado e completar a 1 litro.

Referências: Ramos e Kehrigh (1950); Freitas (1950), Mohr e Carvalho (1953); Ramos Marques (1961); Anastácio (1968); Koltoff e Sandell (1949).

RELAÇÕES  $K_i$  e  $K_r$  NA TERRA FINA

2.29 (U)

- o  $K_i$  é obtido em função dos valores expressos em percentagem de  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$ , divididos pelos seus respectivos pesos moleculares, de acordo com a seguinte expressão simplificada:

$$K_i = \% \text{ de } SiO_2 \times 1,70 / \% \text{ de } Al_2O_3$$

- o  $K_r$  é calculado em função dos valores expressos em percentagem de  $SiO_2$  e soma do  $Al_2O_3 + Fe_2O_3$ , divididos pelos seus respectivos pesos moleculares, pela seguinte expressão simplificada:

$$K_r = (\% \text{ de } SiO_2 / 0,60) / (\% \text{ de } Al_2O_3 / 1,02) + (\% \text{ de } Fe_2O_3 / 1,60)$$

$$K_r = (\% \text{ de } SiO_2 \times 1,70) / \% \text{ de } Al_2O_3 + (\% \text{ de } Fe_2O_3 \times 0,64)$$

OBS: valores utilizados:  $1/SiO_2 = 0,0167$ ;  $1/Al_2O_3 = 0,0098$ ;

$$1/Fe_2O_3 = 0,00652$$

Referências: Kehrig (1949); Guimarães et alii (1970); Vettori (1971).

---

RELAÇÃO  $Al_2O_3 / Fe_2O_3$  NA TERRA FINA

2.30 (U)

---

- É obtida em função dos valores expressos em percentagem de  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$  divididos pelos seus respectivos pesos moleculares, pela seguinte expressão simplificada:

$$\% \text{ de } Al_2O_3 \times 1,57 / \% \text{ de } Fe_2O_3$$

Referência: Guimarães et alii (1970).

## FERRO LIVRE

2.31 (E)

Método de extração pelo DCB e determinação colorimétrica pelo tiocianato de potássio.

- pesar 2 g de terra fina e colocar em tubo de centrífuga de 100 ml;
- adicionar 40 ml da solução de citrato tribásico de sódio bihidratado 0,3M e 5 ml de solução de bicarbonato de sódio M;
- aquecer em banho-maria a temperatura de 75 a 80°C;
- juntar 1 g de ditionito de sódio em pó, agitar constantemente por 1 minuto e manter o aquecimento por mais 15 minutos, agitando ocasionalmente e evitando elevação da temperatura acima 80°C para prevenir a precipitação do enxofre;
- adicionar 10 ml de solução saturada de ClNa e aquecer em banho-maria por algum tempo;
- deixar esfriar e centrifugar durante 5 a 10 minutos a 1.660 - 2.000 rpm;
- transferir o líquido sobrenadante para balão de 500 ml e repetir a operação até se obter um líquido sobrenadante claro; completar o volume com água destilada;
- pipetar uma alíquota conveniente do extrato acima para balão volumétrico de 50 ml adicionando  $\pm$  30 ml de água, 1 a 2 gotas de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, 5 ml de HCl 6 N e 5 ml de KSCN 20%; completar o volume com água destilada; proceder à leitura em espectrofotômetro a 490 m $\mu$ ;
- calcular a % de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> usando a seguinte expressão:

% de Fe = mg/l Fe da curva / [peso (g) da amostra x (ml do extrato/ml da alíquota)] x 0,005

% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = % de Fe x 1,43

**OBS:** preparar curva padrão a partir de convenientes concentrações de Fe em mg/l para utilização no cálculo de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> da amostra.

Preparo de soluções:

HCl 6 N - Diluir o HCl concentrado (+ 12 N) na proporção 1:1

KSCN - pesar 20 g do sal analítico e diluir em 100 ml de água destilada

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% - esta percentagem é equivalente a 100 volumes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; 31,5%  
equivale a 120 volumes.

Referências: Jackson (1958); Mehra (1960).

## % DE ÁGUA NA PASTA SATURADA

2.32 (U)

Método usando terra fina e extração por sucção:

- pesar 200 a 300 g de terra fina e colocar em depósito plástico de 400 a 500 ml;
- adicionar água destilada contida em proveta de 50 ml, em quantidade inicial de 25 ml para solos arenosos e 50 ml para os demais;
- amassar a amostra com espátula de aço inoxidável e continuar a adição de água, pouco a pouco, de preferência por meio de bureta de 50 ml;
- dar como concluída essa operação quando a massa do solo apresentar aspecto brilhante ou espelhante, ou quando uma pequena quantidade de água adicionada já não é mais absorvida pela massa do solo, ou, ainda, quando a pasta desliza suavemente na espátula;
- anotar a quantidade de água utilizada e deixar a amostra em repouso durante 4 horas ou uma noite;
- decorrido este tempo, verificar se a massa do solo apresenta excesso ou falta de água; no primeiro caso adicionar mais 50 g de terra fina e repetir a operação de saturação; no segundo caso adicionar mais água até completar a saturação;
- calcular a percentagem de saturação (quando for o caso) de acordo com o método 1.24.1 descrito na parte 1 - Física do Solo;
- transferir a massa do solo para funil buckner contendo papel de filtro, adaptado a um kitasato, e aplicar a sucção;
- dar como concluída a operação quanto a maior parte da água de saturação foi extraída;
- transferir o extrato para o depósito plástico com tampa e anotar o número da amostra;



% DE ÁGUA NA PASTA SATURADA 2.32 (cont.)

---

OBS: a quantidade de terra fina a ser usada depende das determinações a serem feitas; entretanto, para solos de textura média, 250 g são suficientes para se obter uma quantidade de extrato razoável; a pasta saturada não deve acumular água na superfície, perder seu brilho e endurecer durante o repouso; especial cuidado se deve ter quando se trata de solos orgânicos, muito argilosos ou sódicos.

Referências: Richards et alii (1954); Vettori (1969);

## CONDUTIVIDADE ELÉTRICA NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.33 (U)

Método empregando o condutivímetro:

- utilizar o extrato de saturação obtido pelo método 2.32 e um condutivímetro de leitura direta;
- medir a temperatura do extrato e ajustar o aparelho para essa temperatura; ligar o aparelho com certa antecedência e aferir a leitura do mesmo com solução saturada de  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (condutividade de 2,2 mmhos/cm/25°C) ou de KCl 0,01 N (condutividade de 1,40 mmhos/cm/25°C);
- lavar a célula de condutividade com água destilada 2 a 3 vezes e encher a mesma com o extrato de saturação;
- fazer a leitura direta de mmhos/cm/25°C; caso não se obtenha o ponto de equilíbrio, a condutividade pode ser inferior a 0,10 mmhos/cm ou superior a 10 mmhos/cm; no segundo caso, proceder à diluição de 1 parte do extrato para 9 partes de água e multiplicar o resultado por 10; proceder a outras diluições se necessário.

OBS: lavar bem a célula com água destilada depois de cada determinação para evitar interferência nos resultados.

Preparo de soluções:

- solução de cloreto de potássio 0,01 N: pesar 0,7456 g do sal previamente seco em estufa a 110°C, dissolver em água destilada e completar o volume para 1 litro. A CE dessa solução é de 1,42 mmhos/cm/25°C;
- solução saturada de sulfato de cálcio: pesar 10 g de  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , colocar em balão aferido de 1 litro, agitar várias vezes durante o dia e completar volume.

CONDUTIVIDADE ELÉTRICA NO EXTRATO DE SATURAÇÃO 2.33 (cont.)

---

Referências: Richards et alii (1954); Loveday (1974).

CÁLCIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO 2.34 (U)

---

Método complexométrico pelo EDTA:

- pipetar alíquota do extrato de saturação que contenha aproximadamente 0,1 meq de  $\text{Ca}^{++}$  e transferir para erlenmeyer de 125 ml;
- diluir com água destilada para volume de 25 a 30 ml, adicionar 5 gotas de hidróxido de sódio e uma pitada de purpurato de amônio;
- titular com o EDTA 0,01 N e anotar o volume gasto;
- calcular o teor de cálcio existente no extrato pela seguinte expressão:

$\text{ml de EDTA} \times 10 / \text{alíquota usada (ml)} = \text{meq de } \text{Ca}^{++} \text{ por litro do extrato de saturação.}$

OBS: usar de preferência microbureta de 10 ml; caso o consumo de EDTA seja superior a este volume, utilizar alíquota menor do extrato; a viragem é do roxo para o púrpura e, por não ser instantânea a mudança de cor, o final da titulação deve ser vagaroso, ou seja, com a aplicação de 1 gota de EDTA a cada 5 a 10 segundos; o valor da condutividade elétrica e a natureza do solo (calcário gipsífero) constituem um bom critério para determinação da alíquota a ser tomada na titulação;

Preparo de soluções:

- hidróxido de sódio 4 N: pesar 160 g de NaOH p.a, dissolver em água destilada e completar o volume para 1 litro;
- indicador purpurato de amônio: misturar, pulverizando em gral, 0,5 g do indicador com 10 g de sulfato de zinco em pó;

CÁLCIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.34 (cont.)

---

- solução de EDTA 0,01 N: pesar 1,862 g do sal sódico (etileno diaminotetracético dihidratado), 0,05 g de  $MgCl_2$  em água e diluir para balão de 1 litro; esta solução é padronizada com uma solução de  $CaCl_2$  0,01 N descrita a seguir:
- solução de cloreto de cálcio 0,01 N: pesar 0,05 g de carbonato de cálcio p.a. (cristais de calcita), adicionar 10 ml de ácido clorídrico a 25% até dissolver e completar o volume para 1 litro.

Determinar o título do EDTA com esta solução, utilizando o mesmo processo indicado para a amostra.

Referência: Richards et alii (1954).

## MAGNÉSIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.35 (U)

Dosado juntamente com o cálcio por método complexométrico e calculado por diferença entre esse valor e o do cálcio:

- pipetar uma alíquota do extrato de saturação que contenha aproximadamente 0,1 meq de  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  e transferir para erlenmeyer de 125 ml;
- diluir com água destilada para volume de 25 a 30 ml, adicionar 0,5 ml de solução de cloreto de amônio e hidróxido de amônio e 5 gotas do indicador eriochrome black;
- titular com solução de EDTA 0,01 e anotar o volume gasto;
- determinar o teor de  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  contido na amostra pela seguinte expressão:

$ml\ EDTA \times 10 / alíquota\ do\ extrato\ (ml) = meq\ de\ (Ca^{++} + Mg^{++})\ por\ litro\ do\ extrato\ de\ saturação;$

- calcular a quantidade de  $Mg^{++}$  em função do teor de  $Ca^{++}$  determinado no método 2.34, conforme segue:

$$(Ca^{++} + Mg^{++}) - Ca^{++} = meq\ de\ Mg^{++}\ por\ litro\ do\ extrato\ de\ saturação.$$

OBS: a determinação de  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  pode ser feita na mesma alíquota após dosagem do  $Ca^{++}$ , principalmente para extratos com baixos valores desses elementos, ou em solos muito pobres em  $Mg^{++}$ .

---

|   |              |
|---|--------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análises de solo |              |
| Parte 2 - Análises químicas                           | Método 2.35  |
| MAGNÉSIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO                      | 2.35 (cont.) |

---

Preparo de soluções:

- solução de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  +  $\text{NH}_4\text{OH}$ : pesar 67,5 g de cloreto de amônio, dissolver em aproximadamente 250 ml de água destilada contida em balão de 1 litro e, em seguida, adicionar 570 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado; agitar e completar o volume;
- indicador eriochrome black: dissolver 0,5 g de eriochrome black e 45 g de hidrocloreto de hidroxilamina em álcool etílico a 95%; completar o volume para 100 ml;
- solução de EDTA 0,01 N: conforme descrito no método 2.34

Referência: Richards et alii (1954).

## SÓDIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.36 (U)

Método fotométrico ou espectrofotométrico:

- passar o extrato de saturação no fotômetro ou espectrofotômetro utilizando o filtro próprio de  $\text{Na}^+$ ;
- proceder à leitura, diluindo o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho;
- calcular o teor de  $\text{Na}^+$  no extrato pela seguinte expressão:

leitura da amostra x diluição x  $f_{\text{Na}}$  = meq de  $\text{Na}^+$  por litro do extrato.

OBS: obter o fator  $f$  para o  $\text{Na}^+$  em função dos valores obtidos com os padrões de 0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 meq de  $\text{Na}^+$  na mesma forma indicada para o método 2.13, adaptando-o para meq por litro; geralmente é necessário proceder a várias diluições para tornar possível a leitura no aparelho.

Preparo de soluções:

- conforme indicado no método 2.13

Referência: Richards et alii (1954).



Método fotométrico ou espectrofotométrico:

- passar o extrato de saturação no fotômetro ou espectrofotômetro utilizando o filtro próprio para o potássio;
- proceder à leitura e diluir o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho;
- calcular o teor de potássio pela seguinte expressão:

Leitura da amostra x diluição x  $f_K$  = meq de  $K^+$  por litro do extrato.

OBS: O fator  $f$  para o potássio é obtido da mesma maneira indicada no método 2.12; usualmente as diluições para o potássio são bem menores do que para o sódio.

Preparo de soluções:

- conforme indicado para o método 2.12.

Referência: Richards et alii (1954).

CARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.38 (U)

Método volumétrico com titulação pelo ácido sulfúrico:

- pipetar alíquota de 10 a 25 ml do extrato de saturação e colocar em erlenmeyer de 125 ml;
- adicionar 3 gotas de fenolftaleína e titular com solução de  $H_2SO_4$  0,025 N, preferivelmente contida em microbureta de 10 ml;
- anotar o número de ml gastos; caso a extração não apresente coloração vermelha com a fenolftaleína, o valor de  $CO_3^{--}$  é nulo;
- calcular o teor de  $CO_3^{--}$  no extrato pela seguinte expressão:

ml de ácido gastos x 50 /ml da alíquota = meq de  $CO_3^{--}$  por litro de extrato.

OBS: a titulação deve ser feita em local bem iluminado (luz fluorescente), sendo o erlenmeyer colocado sobre azulejo branco; uma mesma quantidade de água deve ser colocada em um erlenmeyer, assim como o mesmo número de gotas do indicador, para comparação com a amostra; esta mesma alíquota é usada para determinação dos bicarbonatos (método 2.39).

Preparo de soluções:

- solução de fenolftaleína a 1%: dissolver 1 g de fenolftaleína em 100 ml de álcool etílico a 60%;
- ácido sulfúrico 0,025 N: preparar a partir de solução normal ou decinormal de  $H_2SO_4$ .

Referência: Richards et alii (1954).

## BICARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.39(U)

Método volumétrico com titulação pelo ácido sulfúrico:

- após a titulação dos carbonatos, adicionar 3 gotas do indicador metil-orange e continuar a adição do ácido sulfúrico 0,25 N contido na bureta, até viragem da cor rósea para alaranjada;
- utilizar uma prova em branco, ou seja, o total usado com a fenolftaleína e com o metil-orange;
- calcular o teor de  $\text{CO}_3\text{H}^-$  no extrato pela seguinte expressão:

$(\text{ml total gastos} - \text{ml gastos com fenolftaleína} \times 2) \times 50 / \text{ml da alíquota de extrato} = \text{meq de } \text{CO}_3\text{H}^- \text{ por litro no extrato.}$

OBS: esta mesma alíquota pode ser usada para determinação dos cloretos.

Preparo de soluções:

- indicador metil-orange 0,01%: pesar 0,01 g do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 ml;
- solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,025 N: preparada a partir de solução normal ou decinormal do ácido.

Referência: Richards et alii (1954)

CLORETOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.40 (U)

Método volumétrico pelo nitrato de prata:

- pipetar alíquota de 1 a 25 ml, do extrato de saturação; dependendo do teor salino da amostra, colocar em cápsula de porcelana de 150 ml e diluir para volume de 25 ml;
- adicionar 5 gotas do cromato de potássio e agitar bem com bastão de vidro;
- titular com solução de  $\text{NaNO}_3$  0,005 N até a formação de coloração vermelha persistente;
- calcular o teor de  $\text{Cl}^-$  no extrato pela seguinte expressão:

$(\text{ml gastos} - \text{ml na prova em branco}) \times 50 / \text{ml da alíquota de extrato} = \text{meq de } \text{Cl}^- \text{ no extrato de saturação.}$

OBS: deve ser empregada microbureta âmbar de 10 ml; a titulação não deve ir além dos 12 ml de  $\text{AgNO}_3$ , sendo feitas as diluições necessárias para que fique numa faixa de 2 a 8 ml; paralelamente deve ser feita uma prova em branco com cromato de potássio para verificação de viragem e do volume de  $\text{AgNO}_3$  gasto, o qual participará do cálculo.

Preparo de soluções:

- solução de cromato de potássio a 5%: pesar 5 g do  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  e dissolver em 50 ml de água destilada; adicionar, gota a gota, a solução de  $\text{AgNO}_3$  0,05 N, até formação de precipitado permanente; filtrar e diluir para 100 ml;
- solução de nitrato de prata 0,05 N: pesar exatamente 8,495 g de  $\text{AgNO}_3$  puro e dissolver em água destilada contida em balão aferido de 1 litro, agitar e completar o volume; guardar em vidro escuro.

Referência: Richards et alii (1954)

## SULFATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

2.41 (U)

Método gravimétrico como sulfato de bário:

- pipetar alíquota de 25 ml do extrato de saturação, colocar em bēcher de 250 ml e adicionar 100 ml de água;
- juntar 3 gotas de metil-orange e 1 ml de ácido clorídrico concentrado;
- colocar em placa elétrica e, quando se iniciar a ebulição, adicionar a solução de cloreto de bário até ligeiro excesso, agitando com bastão de vidro, energicamente, para formação do precipitado;
- colocar em banho-maria até reduzir o volume para aproximadamente 50 ml;
- deixar esfriar e filtrar em papel de filtro sem cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação pelo nitrato de prata;
- colocar o papel de filtro, dobrado, em cadinho de porcelana recém-pesado, levar para forno mufla e calcinar até a temperatura de 750°C;
- deixar esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001 g;
- calcular o teor de  $\text{SO}_4^{--}$  no extrato pela seguinte expressão:

peso  $\text{BaSO}_4$  (g) x 8562,2 / ml da alíquota do extrato = meq de  $\text{SO}_4^{--}$  por litro do extrato.

OBS: outros métodos podem ser empregados para determinação dos sulfatos, especialmente quando os teores destes ions são baixos; entretanto este método é considerado como o mais preciso.

Preparo de soluções:

- solução de  $\text{BaCl}_2$  a 10%: pesar 100 g de  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , dissolver em água e completar o volume para 1 litro;
- indicador metil-orange 0,1%: dissolver 0,1 g do indicador em 100 ml de água destilada.

Referência: Richards et alii (1954).

RELAÇÃO DE ADSORÇÃO DE SÓDIO (RAS)

2.42 (E)

---

Calculado em função dos teores de  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{++}$  e  $\text{Mg}^{++}$  no extrato de saturação:

- empregar a seguinte expressão, com os valores expressos em meq/litro:

$$\text{Na}^+ / \sqrt{\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} / 2} = \text{R A S}$$

Referência: Richards et alii (1954).

---

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 2 - Análises químicas                          | Método 2.43 |
| <hr/>  |             |
| EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO                   | 2.43        |
| MÉTODO QUALITATIVO                                   | 2.43.1 (E)  |

---

- colocar pequena porção de terra fina em vidro de relógio com água destilada;
- adicionar, gota a gota, solução de HCl a 30% e observar a efervescência;
- indicar, em função do grau de efervescência, a reação da amostra com as seguintes convenções: fraca (+); moderada (++) e forte (+++);

OBS: esta determinação só deve ser realizada em amostras com pH superior a 7,0, ou quando solicitada especialmente; o umedecimento da amostra é recomendado para eliminar o ar existente e não confundir a expulsão deste, por ocasião da adição do ácido, com efervescência.

Referência: Vettori (1969).



EQUIVALENTES DE CARBONATO DE CÁLCIO  
MÉTODO QUANTITATIVO POR TITULAÇÃO

2.43

2.43.2 (U)

- pesar 5 a 25 g de terra fina (dependendo do teor de carbonatos presentes; ver reação indicada no método qualitativo); colocar em cápsula de porcelana de 200 ml e adicionar 25 ml de HCl 0,5 N por meio de pipeta;
- aquecer durante 5 minutos ou colocar em banho-maria durante 15 minutos;
- deixar esfriar, adicionar um pouco de água destilada e 3 gotas de fenolftaleína;
- titular com solução de NaOH 0,25 N;
- calcular a quantidade de  $\text{CaCO}_3$  existente na amostra, pela seguinte expressão:

$$(\text{ml de HCl } 0,5 \text{ N} \times 2 - \text{ml de NaOH } 0,25 \text{ N}) \times 1,25 / \text{peso da amostra (gramas)} =$$

$$= \% \text{ de } \text{CaCO}_3 \text{ na terra fina.}$$

OBS: caso haja dificuldade na titulação da solução com a amostra de solo, filtrar, lavar e proceder à titulação no total ou numa alíquota; esta determinação inclui também outros compostos além do  $\text{CaCO}_3$ .

Preparo de soluções:

- solução de HCl 0,5 N (padronizada): preparar a partir de solução normal do ácido;
- solução de NaOH 0,25 N: preparar a partir de solução normal de NaOH e determinar sua normalidade exata com o ácido.
- indicador fenolftaleína a 1%: dissolver 1 g do indicador em 100 ml de álcool etílico a 95%.

---

EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO  
MÉTODO QUANTITATIVO GASOMÉTRICO

---

2.43  
2.43.3 (0)

- pesar 5 g de terra fina e colocar em frasco de reação com capacidade para 250 ml, contendo 2 a 3 ml de água destilada;
- introduzir uma barra magnética no frasco, acoplado esta no conjunto;
- deixar cair 5 ml de solução de HCl 1:1 e colocar em funcionamento o agitador magnético de forma ininterrupta;
- após cessar o desprendimento de  $\text{CO}_2$ , medir o volume de  $\text{CO}_2$  liberado na prova de 50 ml pertencente ao aparelho;
- proceder da mesma forma usando porções de 250 mg de carbonato de cálcio puro, anotando o volume de  $\text{CO}_2$  liberado;
- calcular a percentagem de  $\text{CaCO}_3$  na amostra em função dos valores do volume de  $\text{CO}_2$  liberado pela prova em branco e pela amostra e do peso da amostra empregado.

OBS: para amostras com teores elevados de  $\text{CaCO}_3$  usar menor quantidade de terra fina.

Referências: Vettori (1969)

## NECESSIDADE DE GESSO

2.44 (E)

- colocar 5 g de terra fina em erlenmeyer de 150 ml e adicionar, com auxílio de pipeta, 100 ml de solução saturada de sulfato de cálcio;
- fechar o erlenmeyer e agitar várias vezes ou em agitador circular durante 5 minutos.
- filtrar e pipetar alíquota do filtrado claro e dosar o  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  conforme método 2.35;
- calcular a concentração do  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  em meq por litro;
- determinar a necessidade de gesso empregando a seguinte expressão:

$$(Ca^{++} \text{ em meq/l na solução de } CaSO_4) - (Ca^{++} + Mg^{++}) \text{ em meq/l na amostra} \times 2 = \\ = \text{ meq de gesso por 100 g de solo.}$$

Preparo de soluções:

- solução saturada de sulfato de cálcio: pesar 5 g do  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , colocar em garrafa contendo um litro de água destilada; agitar várias vezes ou em agitador circular durante 10 minutos; filtrar e pipetar 5 ml do filtrado límpido; dosar o cálcio nessa alíquota empregando o método 2.34 e calcular a concentração desse ion em meq/l, que deve ser da ordem de 28 meq/l de  $Ca^{++}$ .

Referência: Richards et alii (1954).

ENXOFRE

2.45 (E)

Método gravimétrico:

- pesar 10 g de TFSA e colocar em erlenmeyer de 500 ml;
- adicionar 50 ml de HCl 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação;
- deixar esfriar, adicionar 50 ml de água destilada e filtrar para balão aferido de 250 ml, completando o volume;
- pipetar 50 ml do extrato obtido para bécher de 250 ml e adicionar 10 gotas de  $\text{HNO}_3$  concentrado;
- aquecer o extrato até início de ebulição, adicionando em seguida, gota a gota, 10 ml de solução de  $\text{BaCl}_2$  10%, agitando com bastão de vidro, até completa precipitação do sulfato ( $\text{SO}_4^{--}$ );
- filtrar em papel de filtro isento de cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação com  $\text{AgNO}_3$  5%;
- colocar o precipitado retido no papel de filtro, bem dobrado, em cadinho de platina ou porcelana recém-tratado, levar para forno mufla e calcinar até a temperatura de  $750^\circ\text{C}$  (rubro);
- deixar esfriar em dessecador contendo sílica-gel ou  $\text{CaCl}_2$  sólido e pesar com aproximação de 0,0001g;
- calcular o teor de enxofre da amostra usando a seguinte expressão:

$$P \times "f" \times 7,175 = \% \text{ de S na TFSE}$$

p - peso do precipitado ( $\text{BaSO}_4$ ) em g

"f" - fator de conversão para TFSE

OBS: o ataque clorídrico 1:1 é empregado no Laboratório de Química do SNLCS em lugar da fusão da TFSA com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  por se tratar de método mais simples e equivalente a este (Barreto, W.O).

---

ENXOFRE

---

2.45 (cont.)

---

Preparo das soluções:

- solução de HCl 1:1: medir 500 ml de HCl concentrado em proveta graduada e completar o volume a 1000/ml com água destilada.
- solução de BaCl<sub>2</sub> 10%: pesar 100 g do sal e dissolver em 1000 ml de água destilada.
- solução de AgNO<sub>3</sub> 5%: pesar 5 g do sal e dissolver em 100 ml de água destilada.

Referências: Assoc. Offic. Agr. Chemists, (1955); Richards et alii (1954).

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo  
 Parte 2 - Análises químicas

| EXPRESSÃO DE RESULTADOS |   |                | 2. Exp. Res.  |
|-------------------------|---|----------------|---------------|
| - 2.1                   | pH EM ÁGUA, KCl, CaCl <sub>2</sub>                  | --             | uma decimal   |
| - 2.2                   | CARBONO ORGÂNICO                                    | g/100 g TFSE   | duas decimais |
| - 2.3                   | MATÉRIA ORGÂNICA                                    | g/100 g TFSE   | duas decimais |
| - 2.4                   | NITROGÊNIO TOTAL                                    | * g/100 g TFSE | duas decimais |
| - 2.5                   | RELAÇÃO C/N   | --             | sem decimal   |
| - 2.6                   | FÓSFORO ASSIMILÁVEL                                 | ppm            | sem decimal   |
| - 2.8                   | ALUMÍNIO TROCÁVEL                                   | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.10                  | CÁLCIO TROCÁVEL                                     | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.11                  | MAGNÉSIO TROCÁVEL                                   | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.12                  | POTÁSSIO TROCÁVEL                                   | meq/100 g TFSE | duas decimais |
| - 2.13                  | SÓDIO TROCÁVEL                                      | meq/100 g TFSE | duas decimais |
| - 2.14                  | VALOR S (SOMA DAS BASES)                            | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.16                  | HIDROGÊNIO TROCÁVEL                                 | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.17                  | VALOR T   | meq/100 g TFSE | uma decimal   |
| - 2.18                  | VALOR V   | % *            | sem decimal   |
| - 2.19                  | SATURAÇÃO COM ALUMÍNIO                              | % *            | sem decimal   |
| - 2.20                  | SATURAÇÃO COM SÓDIO                                 | % *            | sem decimal   |
| - 2.23                  | SiO <sub>2</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO               | g/100 g TFSE   | uma decimal   |
| - 2.24                  | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO | g/100 g TFSE   | uma decimal   |
| - 2.25                  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO | g/100 g TFSE   | uma decimal   |
| - 2.26                  | TiO <sub>2</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO               | g/100 g TFSE   | duas decimais |
| - 2.27                  | MnO NO EXTRATO SULFÚRICO                            | g/100 g TFSE   | duas decimais |
| - 2.28                  | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> NO EXTRATO SULFÚRICO  | g/100 g TFSE   | duas decimais |

TFSE - terra fina seca em estufa a 105°C

\* - ver descrição do método

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo

Parte 2 - Análises químicas

| EXPRESSÃO DE RESULTADOS |  | 2. Exp. Res. (cont.)          |
|-------------------------|--|-------------------------------|
| - 2.29                  | Ki e Kr (TERRA FINA)                         | -- duas decimais              |
| - 2.30                  | RELAÇÃO $Al_2O_3/Fe_2O_3$                    | -- duas decimais              |
| - 2.31                  | FERRO LIVRE                                  | g/100 g TFSE duas decimais    |
| - 2.32                  | ÁGUA % NA PASTA SATURADA                     | g/100 g TFSE sem decimal      |
| - 2.33                  | CONDUTIVIDADE ELÉTRICA NO EXTR. DE SATURAÇÃO | mmhos/cm/25°C uma decimal     |
| - 2.34                  | CÁLCIO NO EXTR. DE SATURAÇÃO                 | meq/l uma decimal             |
| - 2.35                  | MAGNÉSIO NO EXTR. DE SATURAÇÃO               | meq/l uma decimal             |
| - 2.36                  | SÓDIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO                | meq/l uma decimal             |
| - 2.37                  | POTÁSSIO NO EXTRATO DE SATURAÇÃO             | meq/l uma decimal             |
| - 2.38                  | CARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO           | meq/l uma decimal             |
| - 2.39                  | BICARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO         | meq/l uma decimal             |
| - 2.40                  | CLORETOS NO EXTR. DE SATURAÇÃO               | meq/l uma decimal             |
| - 2.41                  | SULFATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO             | meq/l uma decimal             |
| - 2.42                  | RAS  | -- --                         |
| - 2.43                  | EQUIVALENTE DE $CaCO_3$                      | g/100 g TFSA sem decimal      |
| - 2.44                  | NECESSIDADE DE GESSO ( $CaSO_4$ )            | meq/100 g TFSE* duas decimais |
| - 2.45                  | ENXOFRE TOTAL (S)                            | g/100 g TFSE duas decimais    |

TFSE - terra fina seca em estufa a 105°C

TFSA - terra fina seca ao ar

\* - ver descrição do método.

- ANASTÁCIO, M.L.A. Fixação do fósforo nos solos brasileiros. Rio de Janeiro. Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1968. 13 p. (Boletim Técnico, 4) .
- ANTUNES, F.S.; WERNICKE, J. & VETTORI, L. Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (K<sub>i</sub>) dos solos. Rio de Janeiro, IME, 1975. p. (Publicação Técnica, 42) .
- ARAÚJO, W.A.; VIANA, O.; ILCHENKO, W & VIANA, S.L. Contribuição ao estudo do humus brasileiro. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., Campinas, 1949. Anais . Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1953. p. 271-91.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS, Washington, D.C. Official Methods of the Association of Agricultural Chemists. 7 ed. Washington, D.C., 1950. 910 p
- BENNEMA, J. Oxissolos brasileiros. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., Santa Maria, 1973. Anais. Soc. Bras. Ciên. Solo, 1974. p. 7-35
- BEZERRA, G.E. Cations trocáveis em solos do Nordeste, determinações e comparação de métodos. Fortaleza, DNOCS, 1974. (Boletim Técnico, 32) .
- BRASIL. Departamento Nacional de Obras Contra as Secas. Métodos de análise adotados no Instituto José Augusto Trindade, São Gonçalo, PB , Fortaleza, 1950. (Mimeografado).
- BRASIL. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agrônômicas. Instituto de Química Agrícola. Métodos de análise de solos. Rio de Janeiro, 1949. 66 p. (Boletim Técnico, 11) .



- BREMNER, J.M. Determination of nitrogen in soil by the Kjeldahl method. J. Agric. Sci., 55: 11-33, 1960.
- CAMARGO, M.N. Incidência de alumínio permutável nos solos e proporção de ocorrência em diversas regiões do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., Campinas, 1975. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1976. p. 603-13.
- CARVALHO, E.L. Métodos de análise de solos. Brasília, SUVALE. 90 p. (Mimeografado).
- CASTRO, A.F. de.; ANASTÁCIO, M.L.A. & BARRETO, W.O. de. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. Pesq. Agropec. Bras. Sér. Agron. Rio de Janeiro, 7: 75-80, 1972a.
- \_\_\_\_\_. ; \_\_\_\_\_. & \_\_\_\_\_. Correlação entre pH e saturação de bases de alguns solos brasileiros. Pesq. Agropec. Bras., Sér. Agron., Rio de Janeiro, 7: 9-17, 1972b.
- CATANI, R.A. & KUPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. Bragantia, Campinas, 6: 147-64, 1946.
- \_\_\_\_\_. & \_\_\_\_\_. As formas "trocável e fixa" dos cátions  $K^+$  e  $Mg^{++}$  nos solos do Estado de São Paulo. Bragantia, Campinas, 9: 185-92, 1949.
- DANTAS, H.S. da. Complexo sortivo dos principais solos de Pernambuco. Recife, IPEANE, 1967. 106 p.
- \_\_\_\_\_. Determinação dos cátions permutáveis em solos contendo sais solúveis. Recife. Inst. Agron. Nord., 1961. (Boletim Técnico, 15).

DEL NEGRO, G. & VETTORI, L. Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1938. 44 p. (Boletim Técnico, 3).

DONAHUE, R.L. Laboratory manual for introductory soils. Illinois, Interstate Print. Publs. , 1952. 151 p.

DURIEZ, M.A.M. Método rápido para determinação complexométrica do ferro e alumínio em solos. Rio de Janeiro, PUC, 1974. 43 p. ( Tese Mestrado ).

FASSBENDER, H.W. Química de suelos con enfase en suelos de America Latina. Turrialba, IICA, 1975. 398 p.

FEIGENBAUM, S. & HAGIN, J. Evaluation of methods for determining available soil potassium based on potassium uptake by plants. Jour. Soil Sci., 18: 197-203, 1967.

FRATTINI, C.T.A. & KALCKMAN, R.E. Correlação entre alguns métodos de determinação do carbono. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 2:259-61, 1967.

FREITAS, G.G. Do fósforo na terra e sua dosagem. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 109-44.

FREITAS, L.M.M.; PRATT, P.F. & VETTORI, L. Testes rápidos para estimar as necessidades de calcário de alguns solos de São Paulo. Pesq. Agropec. Bras., Rio de Janeiro, 3: 159-64, 1968.

GUIMARÃES, G.A.; BASTOS, J.B. & LOPES, E.C. Métodos de análise física, química e instrumental de solos. Belém, Inst. Pesq. Agropec. Norte , 1970. 108 p. (Boletim Técnico, 1).

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo  
Parte 2 - Análises químicas

---

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

2. Ref. Bibl. (cont.)

---

HOROWITZ, A. Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo. Fortaleza. DNOCS, SAI., 1952. 32 p. (Publicação 151 - 1 A).

ILCHENKO, V. & MENDES, J.F. Algumas modificações no processo de Truog-Drosdoff para a determinação de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  livres nos colóides do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4. Belo Horizonte, 1953. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1956. p. 103-08.

\_\_\_\_\_. ; SEILER, F.S.S. & MENDES, J.F. Estudos sobre o manganês em alguns solos de Minas Gerais. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., Belo Horizonte, 1953. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1956. p. 93-102.

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

KAMPRATH, E.J. Exchangeable aluminium as a criterion from liming leached mineral soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., 34: 252-54, 1970.

KASTER, G. & POETSCH, E. Comparação entre agitação e percolação na extração de permutáveis. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., Campinas, 1949. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1953. p. 183-7.

KEHRIG, A.G. As relações  $K_i$  e  $K_r$  no solo. Rio de Janeiro, Instituto de de Química Agrícola, 1949. 67 p. (Boletim Técnico, 13).

\_\_\_\_\_. & AGUIAR, H.A. de. Determinação de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na terra fina e complexo coloidal. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (Boletim Técnico, 12).

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo  
Parte 2 - Análises químicas

---

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

2. Ref. Bibl. (cont.)

---

- KEHRIG, A.C. & SETTE, M.E. Determinação do  $Al_2O_3$  na terra fina. Rio de Janeiro. Instituto de Química Agrícola, 1952. 29 p. (Boletim Técnico, 26).
- KOLTOFF, I.M. & SANDELL, E.B. Textbook of quantitative inorganic analysis New York, MacMillan, 1949. 794 p.
- LIN, C. & COLEMAN, N.T. The measurement of exchangeable aluminium in soil and clays. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 29: 374-8, 1965.
- LOPES, H.D.S. Ensaíos sobre determinação do alumínio dos solos com crescimento In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., Pelotas, 1955. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1959. p. 105-10.
- LOVEDAY, J. ed. Methods for analysis of irrigated soils. Australia. CSIRO, Div. Soil, 1974. 208 p. (Tech. Communication, 54).
- McLEAN, E.O.; HEDLESON, M.R.; BARTLETT, R.J. & HOLOWAYCHUK, D.R. Aluminium in soils. I. Extraction methods and magnitud clays in Ohio soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 22 (5) : 382-7, 1958.
- MARCEL, J.M. Étude du dosage du silicium et du phosphore par photometrie de leurs complexes molybdiques. Cah. ORSTOM, Analitique, 38: 37-1956.
- MEHRA, O.P. & JACKSON, M.L. Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In : NATIONAL CONFERENCE ON AND CLAYS MINERALS, 7. Proceedings, 1960. p. 317-271

MOHR, W. Análise de solos para fins de assistência aos agricultores. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 185-215.

\_\_\_\_\_. & CARVALHO, M.C. Contribuição para o conhecimento de combinações de fósforo nos solos do Rio Grande do Sul. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., Campinas, 1949. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1953. p. 131-43.

MORRISON, I.R. & WILSON, A.L. The absorptiometric determination of silicon in water: formulation stability and reduction of molybdosilicic acids. Part 1. Analyst, 88: 88-99, 1963a.

\_\_\_\_\_. & \_\_\_\_\_. Methods for determining "reactive" silicon in powerstation water. Analyst, 88: 100-04, 1963b.

OLMOS, I.L.J. & CAMARGO, M.N. Ocorrência de alumínio tóxico nos solos do Brasil; sua caracterização e distribuição. Ciência e Cultura, São Paulo, 28 (2) : 171-80, 1976.

PAIVA NETTO, J.E.; CATANI, R.A. & KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 79-108.

PERRAUD, E. ; AGUIAR, A.C. & MUNIZ, E.M. Métodos de análise utilizados no Laboratório de Pedologia do Instituto de Geociência da UFBA, Salvador. UFBA, 1976. (Mimeografado).

PRATT, P.F. & ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 1: 104-06, 1966.

RAMOS, F. & KEHRIG, A.G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO; 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 583-604.

RAMOS MARQUES, B.H. Determinação colorimétrica do fósforo total em solos pelo método de redução pelo ácido ascórbico a frio. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1961. 31 p. (Boletim Técnico, 61).

\_\_\_\_\_. A propósito da determinação do fósforo assimilável no solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 281-7.

RICHARDS, L.A. ed. Diagnosis and improvement of saline and alkali soils Washington, DC, U.S. Dep. Agric., 1954. 160 p. (Handbook, 60).

SÁ JUNIOR, J.M.P.; ARAUJO, S.M.C. de.; GALVÃO, S.J.; VASCONCELOS, A. L.de. & OLIVEIRA, E.S.C. Avaliação de métodos de análise química para fósforo disponível em solos da Zona Litoral-Mata de Pernambuco. Pesq. Agropec. Bras. Sér. Agron. Rio de Janeiro, 9: 27-33, 1974.

SCHOFIELD, R.K. & TAYLOR, A.W. Measurements of the activities of bases in soils. Jour. Soil Sci. 6: 137-46, 1955.

SEILER, F.E.E. & ILCHENKO, V. O manganês na série dos cátions trocáveis do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., Belo Horizonte, 1953. Anais. Rio de Janeiro, 1956. p. 83-91

SETZER, J. As características dos principais tipos de solos do Estado de São Paulo. Bragantia, Campinas, 1 (4) : 255-359, 1941.

- SHERMAN, G.D. & KANEHIRO, Y. Titanium. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, American Society of Agronomy, 1965. pt. 2. p. 974-79. (Agronomy, 9).
- STRICKLAND, J.D. The preparation and properties of silicomolibdydic acid. Jour. Amer. Chem. Soc. 74: 862-72, 1972.
- STRAUSS, E. Determinação do fósforo assimilável em solos de Pernambuco In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 3., Recife, 1951. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 515-21.
- VAN RAIJ, B. A capacidade de troca de cátions das frações orgânica e mineral em solos. Bragantia, Campinas, 28 : 85-112, 1969.
- \_\_\_\_\_. & VALLADARES, J.M.A.S. Análises dos elementos maiores de rochas, argilas e solos. Campinas, Instituto Agronômico, 1974. 23p. (Boletim Técnico, 16).
- VERDADE, F.C. da. Ação da água oxigenada sobre a matéria orgânica do solo. Bragantia, Campinas, 13 (24) : 287-95, 1954.
- \_\_\_\_\_. Influência da matéria orgânica na capacidade de troca de cátions do solo. Bragantia, Campinas, 15: 35-42, 1956.
- VETTORI, L. Ki e Kr na terra fina e argila. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 7., Piracicaba, 1959. Anais. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1971. p. 35.
- \_\_\_\_\_. Métodos de análise do solo. Rio de Janeiro, Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34 p. (Boletim Técnico, 7).

VETTORI L. Determinação da necessidade de cal dos solos. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola. 36 p. (Boletim Técnico, 7).

\_\_\_\_\_. & FIGUEREDO, T.P. Sobre a determinação de  $\text{SiO}_2$  em solos. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., Rio de Janeiro, 1947. Anais. Soc. Bras. Ciên. Solo, 1950. p. 145-54.

PEECH, M. Hydrogen-Ion Activity. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, American Society of Agronomy, 1965, pt. 2. p. 914-26. (Agronomy, 9).



- identificar a amostra, que passa a ter um número de protocolo;
- colocar a amostra para secar ao ar em ambiente ventilado, ou em estufa com circulação de ar forçada, à temperatura de 40° C.
- depois de seca, colocar a amostra sobre um pedaço de papel e este sobre uma sola grossa;
- proceder ao destorroamento com auxílio de rolo de madeira, evitando quebrar pedras ou concreções;
- passar a amostra em peneira com malha de 2 mm e transferir a terra fina para a caixinha apropriada, devidamente identificada;

OBS: a amostra pode ser preparada em moinhos especiais, desde que não contenha pedras ou concreções.

Referências: Bloise e Moreira (1976)

Método potenciométrico:

- colocar 10 ml de terra fina em copo plástico de 100 ml numerado e adicionar 25 ml de água destilada ou desionizada;
- agitar com bastão de vidro, lavando-o ao passar de uma amostra para outra;
- deixar em repouso por uma hora pelo menos;
- retirar os padrões do refrigerador;
- ligar o potenciômetro, pelo menos 30 minutos antes de ser usado;
- verificar a temperatura e ajustar o aparelho;
- aferir o potenciômetro com as soluções tampão pH=7,0 e pH=4,0;
- agitar cada amostra com bastão de vidro antes de mergulhar os eletrodos na suspensão e fazer a leitura do pH.

OBS: Não é necessário lavar os eletrodos ao passar de uma amostra para outra, sendo, porém, indispensável lavá-los cuidadosamente e secá-los com papel de filtro antes e após serem mergulhados em cada um dos padrões. Os eletrodos devem permanecer mergulhados em água destilada quando não estão em uso.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Pearson e Adams (1967); Vettori (1969); Volkweiss e Ludwick (1969).

## CÁLCIO + MAGNÉSIO TROCÁVEIS

3.3 (U)

Método complexométrico com o emprego de EDTA

1a. parte - Extração :

- colocar 10 ml \* de terra fina em erlenmeyer de 125 ml e adicionar 100 ml de solução KCl-N ;
- agitar durante 5 minutos em agitador horizontal circular ( capacidade = 55 amostras); não é necessário tampar os erlenmeyers;
- deixar decantar durante uma noite, tendo antes o cuidado de desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers;

2a. parte - Determinação :

- pipetar, sem filtrar, 25 ml do extrato, e passar para erlenmeyer de 125 ml;
- adicionar 4 ml do coquetel de cianeto de potássio, trietanolamina e solução tampão, uma "pitada" (  $\pm$  30 mg ) de ácido ascórbico e 3 gotas do indicador Eriochrome Black T;
  - titular com sal dissódico de EDTA 0,025 N; a viragem se dá do róseo para o azul puro; verificar o número de mililitros gastos na bureta e anotar;
  - o teor de  $(Ca^{++} + Mg^{++})$  existente na amostra é dado pela igualdade :  
$$\text{ml de EDTA } 0,025 \text{ N} = \text{meq de } (Ca^{++} + Mg^{++}) / 100 \text{ ml de terra fina.}$$

OBS: Se, ao se aproximar o final da titulação, for observada falta de nitidez da cor, adicionar mais duas gotas do indicador.

\* Quando se trata de amostras de solo para levantamento, todas as determinações, com exceção do pH, são feitas por peso.

Preparo de soluções :

- Solução KCl N : pesar 746 g de KCl p.a. e passar para balão de 10 litros; adicionar água destilada, agitar para dissolver e completar o volume com água destilada.
- Solução tampão : colocar 67,50 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  em balão aferido de 1 litro, contendo aproximadamente 150 ml de água destilada e agitar para dissolver; adicionar 600 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado, 0,616 g de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  e 0,930 g de EDTA (sal dissódico); agitar para homogeneizar e completar o volume com água destilada; controlar a neutralidade em relação ao  $\text{Mg}^{++}$  e ao EDTA, como segue: colocar 3 ml da solução tampão e 30 ml de água destilada em erlenmeyer de 125 ml, adicionar 3 gotas de Eriochrome Black-T; a adição de uma gota de solução EDTA 0,025 N deve virar do róseo para o azul puro.
- Solução KCN a 10% : pesar 100 g de KCN, passar para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada.
- Coquetel : colocar, em proveta graduada de 1 litro, 600 ml de solução tampão, 300 ml de trietanolamina e 100 ml de solução KCN a 10%; homogeneizar com bastão de vidro e guardar em frasco tampado.
- Solução de EDTA 0,1 N : pesar 18,6126 g de EDTA (sal dissódico) com pureza igual a 100% ou uma quantidade correspondente, conforme a pureza do sal; colocar em balão aferido de 1 litro contendo água destilada, agitar e completar o volume; corrigir a normalidade da solução, como segue : colocar 10 ml de solução de  $\text{CaCO}_3$  0,1 N em erlenmeyer de 125 ml; adicionar 4 ml do coquetel, 30 ml de água destilada e 3 gotas de Eriochrome Black-T e titular com EDTA 0,1 N, devendo ser gastos exatamente 10 ml. Acertar a normalidade adicionando pequenas quantidades de EDTA ou água destilada, conforme sejam gastos mais ou menos que 10 ml.

- Solução de EDTA 0,025 N : pipetar 250 ml de solução de EDTA 0,1 N, passar para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada.
- Solução de  $\text{CaCO}_3$  0,1 N : pesar 5,0000 g de  $\text{CaCO}_3$  p.a. e colocar em bécher de 400 ml; umedecer com água destilada e em seguida adicionar, gota a gota, HCl concentrado p.a. até cessar a efervescência; aquecer ligeiramente para facilitar a dissolução; deixar esfriar, transferir para balão aferido de 1 litro, lavando o bécher várias vezes e completar o volume com água destilada.
- Indicador Eriochrome Black-T : dissolver 0,2 g de Eriochrome Black-T em 50 ml de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro.
- Solução de álcool metílico com bórax : dissolver 4 g de bórax em 250 ml de metanol; se não dissolver, levar ao banho-maria até a dissolução total; tomar para isto um recipiente com diâmetro grande, para afastar suficientemente o metanol da chama.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Vettori (1969);  
Black (1965).

ALUMÍNIO TROCÁVEL

3.4 (U)

Método volumétrico por titulação com hidróxido de sódio

1a. parte - Extração :

- É feita em conjunto com o cálcio + magnésio (Método 3.3).

2a. parte - Determinação :

- pipetar, sem filtrar, 25 ml do extrato e passar para erlenmeyer de 125 ml;
- adicionar 3 gotas do indicador azul de bromotimol 0,1% e titular com solução de NaOH 0,025 N; a viragem se dá do amarelo para o verde; verificar o número de mililitros gastos na bureta e anotar;
- o teor de alumínio existente na amostra é dado pela igualdade : ml de NaOH 0,025 N = meq de  $Al^{+++}$  / 100 ml de terra fina.

OBS: A solução de NaOH deve estar protegida do ar para evitar carbonatação

Preparo de soluções :

- Solução de NaOH N : a) Diluir, conforme recomendação do fabricante, o conteúdo de ampolas encontradas no comércio que contêm solução padrão de NaOH (nomes comerciais : Fixanal, Tritisol, Normex, Dilut-it, etc.), ou b) pesar 40,00 g de NaOH p.a., colocar em balão de 1 litro e dissolver com água destilada fervida; completar o volume com água destilada e corrigir o título.

- Solução de NaOH 0,025 N : pipetar 25 ml da solução de NaOH N, passar para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada.
- Indicador azul de bromotimol 0,1% : colocar 0,1 g do indicador em gral e adicionar 1,6 ml de NaOH 0,1 N, triturar bem até o todo ficar verde; caso a cor verde desapareça, passando para âmbar, adicionar mais algumas gotas de NaOH 0,1 N; passar para balão aferido de 100 ml, lavando bem o gral com água destilada e completar o volume com água destilada; guardar em frascos escuros.

Referências : Bloise e Moreira (1976); Goedert e Klamt (1969); Muzilli et alii (1969); Pearson e Adams (1967); Pierre et alii (1932); Vettori (1969); Volkweiss e Ludwick (1969 e 1971).

Método colorimétrico com o emprego de ácido ascórbico

1a. parte - Extração:

- colocar 10 ml de terra fina em erlenmeyer de 125 ml e adicionar 100 ml de solução extratora (HCl 0,05 N e  $H_2SO_4$  0,025 N);
- agitar durante 5 minutos em agitador circular horizontal; não é necessário tampar os erlenmeyers;
- deixar decantar durante uma noite, tendo antes o cuidado de desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.

2a. parte - Determinação :

- pipetar, sem filtrar, 25 ml do extrato e passar para recipiente plástico de aproximadamente 30 ml;
- pipetar exatamente 5 ml desse extrato e colocar em erlenmeyer de 125 ml; deixar o restante para determinação de  $K^+$  e  $Na^+$ ;
- adicionar 10 ml de solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" (+ 30 mg) de ácido ascórbico em pó, como redutor;
- agitar durante 1 a 2 minutos no agitador circular horizontal;
- deixar desenvolver a cor durante uma hora e, em seguida, fazer a leitura da densidade ótica no fotocolorímetro, usando filtro vermelho (comprimento de onda de 660 m $\mu$ ).
- calcular o teor de fósforo assimilável existente na amostra pela expressão:

Leitura  $\times F_p =$  ppm de P na terra fina, sendo  $F_p$  obtido conforme será descrito posteriormente.



## FÓSFORO ASSIMILÁVEL

3.5 (cont.)

**OBS. :** No caso de a amostra possuir elevada concentração de fósforo, diluir a solução até que seja possível a leitura no aparelho; para maior facilidade operacional, essa diluição pode ser feita adicionando - se quantidades iguais a 15 ml de água destilada, ou seus múltiplos.

## Preparo de soluções

- Soluções extratoras - HCl 0,05 N e  $H_2SO_4$  0,025 N : adicionar 43 ml de ácido clorídrico p.a. ( $d = 1,19$ ) e 6,9 ml de ácido sulfúrico p.a. ( $d=1,84$ ) em aproximadamente 5 litros de água destilada, contidos em balão aferido de 10 litros; agitar e completar o volume com água destilada ;pode-se usar baldes plásticos previamente aferidos.
- Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) : colocar 2,00 g de subcarbonato de bismuto em aproximadamente 250 ml de água destilada contida em balão aferido de 1 litro; juntar, rapidamente, 150 ml de ácido sulfúrico concentrado p.a.; verificar se todo o sal de bismuto foi dissolvido;deixar esfriar e adicionar solução recém-preparada de molibdato de amônio (20,00 g para 200 ml de água destilada); agitar e completar o volume com água destilada.
- Solução ácida de molibdato de amônio (diluída) : colocar 300 ml de solução concentrada em balão aferido de 1 litro e adicionar água destilada até completar o volume; homogeneizar e guardar em frasco escuro.
- Solução padrão de fósforo ( 25 ppm de P ) : pesar 0,2195 g de  $KH_2PO_4$  p.a., previamente seco em estufa a 105°C e dissolver em água destilada contida em balão aferido de 2 litros; adicionar 3 ml de  $H_2SO_4$  concentrado e completar o volume com água destilada.

## FÓSFORO ASSIMILÁVEL

3.5 (cont.)

- Soluções padrão de fósforo (diluídas) : Pipetar 10, 20, 30 e 40 ml de solução padrão de 25 ppm para balões aferidos de 250 ml e completar o volume com a solução extratora; as quatro soluções possuem concentrações de 1,2, 3 e 4 ppm de P; guardar em frascos tampados, com indicação das concentrações nos rótulos.
- Determinação do fator  $F_p$  : colocar 5 ml de cada solução padrão diluída em erlenmeyers de 125 ml; adicionar 10 ml da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" de ácido ascórbico; proceder da mesma forma indicada para a determinação do fósforo no extrato de solo; anotar as leituras (em absorvância) correspondentes a cada padrão; o fator  $F_p$  é o coeficiente angular da reta que se obtém, grafando-se os valores de concentração de fósforo (ppm) dos padrões no eixo das abcissas e as respectivas leituras no eixo das ordenadas.

Para a obtenção direta da concentração de P (ppm) na terra fina, o fator  $F_p$  deve ser multiplicado por 10, considerando que a concentração de fósforo na amostra sofreu diluição de 1:10 na extração.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Goedert e Klamt (1969); International Soil Testing (1966); Rispoli e Bodziack Junior (1969); Sá Junior (1968); Vettori (1969); Cate e Nelson (1965).

POTÁSSIO TROCÁVEL

3.6 (U)

Método direto pelo fotômetro de chama

1a. parte - Extração:

- Solução extratora de HCl 0,05 N e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,025 N: a mesma empregada para a extração do fósforo. Ver Método 3.5.

2a. parte - Determinação:

- utilizar a parte do extrato (20 ml) reservada para a determinação de K<sup>+</sup> e Na<sup>+</sup>, conforme descrito em 3.5;
- levar o extrato ao fotômetro de chama, selecionando o filtro próprio para potássio; fazer a leitura na escala do aparelho;
- o teor de potássio existente na amostra é obtido pela igualdade:

Leitura x F<sub>k</sub> x 390 = ppm de K<sup>+</sup> na terra fina, sendo F<sub>k</sub> obtido conforme será descrito posteriormente.

OBS: Caso a leitura ultrapasse o limite de detecção do aparelho, proceder às diluições necessárias. Antes de proceder à leitura da amostra, aferir o fotômetro com água destilada para o ponto zero, e com a solução padrão de 0,2 meq de K<sup>+</sup>/litro para o valor correspondente ao centro da escala.

Preparo de soluções:

- Solução padrão de potássio (10,0 meq de K<sup>+</sup>/litro): pesar 0,7460 g de KCl, p.a. previamente seco em estufa a 105°C; passar para balão aferido de 1 litro; dissolver e completar o volume com água destilada;

## POTÁSSIO TROCÁVEL

3.6 (cont.)

- Solução padrão de potássio (1,0 meq de  $K^+$  / litro): pipetar 100 ml da solução de 10,0 meq de  $K^+$ /litro, passar para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada;
- Soluções padrão de potássio (diluídas): pipetar, para balões aferidos de 500 ml, 50, 100, 150 e 200 ml da solução de 1,0 meq de  $K^+$  litro e completar o volume com água destilada; transferir para frascos apropriados e colocar rótulos indicando as concentrações respectivas: 0,1, 0,2, 0,3 e 0,4 meq de  $K^+$  / litro;
- Determinação do fator  $F_k$ : levar as quatro soluções padrão diluídas ao fotômetro de chama e fazer as leituras correspondentes; elaborar gráfico onde as concentrações dos padrões (meq de  $K^+$ /litro) são colocadas na abcissa e as leituras na ordenada; determinar o fator conforme indicado para o fósforo (3.5);
- Neste método, as concentrações dos padrões em meq/ litro correspondem aos teores de potássio da amostra, em meq/100 ml, uma vez que na extração houve diluição de 1:10.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Kalckman e Frattini (1967); Cate e Nelson (1965); Vettori (1969).

## SÓDIO TROCÁVEL

3.7 (U)

Método direto pelo fotômetro de chama

1a. parte - Extração:

- Solução extratora de HCl 0,05 N e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,025 N: a mesma empregada para as determinações de fósforo e potássio. Métodos 3.5 e 3.6.

2a. parte - Determinação:

- utilizar o extrato reservado para potássio e sódio (3.5); selecionar o filtro próprio para sódio no fotômetro de chama e seguir a técnica descrita para determinação do potássio (3.6).
- Os teores de sódio na amostra são dados pela igualdade:

$$\text{Leitura} \times F_{\text{Na}} \times 230 = \text{ppm de Na}^+ \text{ na amostra}$$

O fator  $F_{\text{Na}}$  é obtido conforme será descrito posteriormente.

OBS: Caso a concentração de sódio do extrato do solo ultrapasse os limites de detecção do aparelho, proceder às diluições necessárias. Antes de proceder às leituras, aferir o fotômetro com água destilada para o ponto zero, e, com a solução de 0,2 meq de Na<sup>+</sup>/litro, aferir o fotômetro ao centro da escala.

Preparo de soluções:

- Solução padrão de sódio (10,0 meq de Na<sup>+</sup>/litro): pesar 0,5850 de NaCl p.a. previamente seco em estufa a 105°C e passar para balão aferido de 1 litro; dissolver e completar o volume com água destilada;

- Solução padrão de sódio (1,0 meq de Na<sup>+</sup>/litro): pipetar 100 ml da solução de 10,0 meq de Na<sup>+</sup>/litro, passar para balão aferido de 1 litro e completar o volume com água destilada.
- Soluções padrão de sódio (diluídas): pipetar, para balões aferidos de 500 ml, 50, 100, 150 e 200 ml de solução de 1,0 meq de Na<sup>+</sup>/litro e completar o volume com água destilada; transferir para frascos apropriados e colocar rótulos indicando as concentrações respectivas: 0,1, 0,2, 0,3 e 0,4 meq de Na<sup>+</sup>/litro.
- Determinação do fator F<sub>Na</sub>: levar as quatro soluções padrão diluídas ao fotômetro de chama e fazer as leituras correspondentes; elaborar gráfico onde as concentrações dos padrões (meq de Na<sup>+</sup>/litro) são colocadas na abcissa e as leituras na ordenada, e determinar o fator conforme indicado para o fósforo (3.5).
- As concentrações dos padrões em meq/litro correspondem aos teores de sódio da amostra em meq/100 ml, uma vez que, na extração, houve diluição de 1:10.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Vettori (1969).

|  |            |
|--|------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |            |
| Parte 3 - Análises de fertilidade                    | Método 3.8 |
| MATÉRIA ORGÂNICA                                     | 3.8 (u)    |

Calculada em função do teor de carbono obtido pelo método 2.4 - parte de Quí  
mica do Solo.

Referências: ver parte de Química do Solo.

CÁLCIO TROCÁVEL

3.9 (U)

Cálcio trocável

- Método complexométrico com o emprego do EDTA.

1a. parte - Extração:

ver método 3.3

2a. parte - Determinação:

- pipetar, sem filtrar, 25 ml do extrato obtido em 3.3 e passar para erlenmeyer de 125 ml;
- adicionar 3 ml de solução de KOH a 10% e uma "pitada" (+ 50 mg) do indicador murexida (murexida + sulfato de potássio);
- titular com EDTA 0,025 N; viragem do róseo para o roxo; verificar o número de mililitros gastos na bureta e anotar;
- o teor de  $\text{Ca}^{++}$  existente na amostra é dado pela igualdade:

meq de  $\text{Ca}^{++}$ /100 ml de terra fina = ml de EDTA 0,025 N

OBS: a) O ponto de viragem é de difícil percepção. Ao se aproximar o final da titulação, o operador deve adicionar o EDTA de duas em duas gotas, de modo a obter com precisão o ponto de viragem; b) essa determinação é feita no caso de solos que apresentem teores de  $(\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++})$  superiores a 1 meq/100 ml de solo; o teor de  $\text{Mg}^{++}$  é obtido pela igualdade:

meq de  $\text{Mg}^{++}$  = meq de  $(\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++})$  - meq de  $\text{Ca}^{++}$



HIDROGÊNIO + ALUMÍNIO TROCÁVEIS

3.10 (U)

1a. parte - Extração:

- colocar 5 ml de terra fina em erlenmeyer de 125 ml e adicionar 75 ml de solução de acetato de cálcio N pH 7,1-7,2.
- arrolhar, agitar algumas vezes durante o dia e deixar decantar por uma noite.

2a. parte - Determinação:

- pipetar 25 ml do extrato e passar para bécher de 100 ml;
- titular com NaOH 0,025 N, usando fenolftaleína a 1% como indicador (3 gotas); a viragem se dá do incolor para róseo;
- fazer prova em branco, estabelecendo o ponto de viragem de cada amostra em comparação com a tonalidade do róseo obtida nesta prova;
- anotar o número de mililitros gastos na bureta;
- o teor de  $(H^+ + Al^{+++})$  existente na amostra é dado pela igualdade:

$$meq(H^+ + Al^{+++})/100 \text{ ml de terra fina} = (L-Lb) \times 1,65, \text{ sendo:}$$

L = leitura (ml) obtida na titulação da amostra

Lb = leitura (ml) obtida na titulação da prova em branco

1,65 = fator de correção (constante)

Preparo de soluções:

- Solução extratora de acetato de cálcio pH 7,1 - 7,2: dissolver 88,10 g de  $(CH_3COO)_2 Ca.H_2O$  p.a. com água destilada, em balão aferido de 1 litro; completar o volume e corrigir o pH para 7,1 - 7,2 com ácido acético glacial p.a. adicionado gota a gota.
- Solução de NaOH 0,025 N: o preparo está contido no item 3.4.
- Fenolftaleína a 1%: dissolver 1,00 g de fenolftaleína com álcool absolu-

---

HIDROGÊNIO + ALUMÍNIO TROCÁVEIS

3.10 (cont.)

---

to, em balão aferido de 100 ml, e completar o volume com álcool absoluto.

Referência: Vettori (1969)

|  |             |
|--|-------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo |             |
| Parte 3 - Análises de fertilidade                    | Método 3.11 |
| TEXTURA (DETERMINAÇÃO EXPEDITA)                      | 3.11 (U)    |

Método pelo tato

- Colocar uma pequena porção de terra fina na palma da mão e adicionar água, pouco a pouco, até se obter uma pasta homogênea;
- avaliar as percentagens de argila, silte e areia em função da sensação obtida quando se esfrega uma parte da massa do solo entre o polegar e o indicador; a argila produz sensação de plasticidade e pegajosidade, o silte de sedosidade e a areia de aspereza;
- adotar três classes de textura:
  - arenosa (com menos de 15% de argila)
  - média (contendo entre 15 e 35% de argila)
  - argilosa (com mais de 35% de argila)

OBS: a precisão dessa determinação depende da prática do operador e, para isso, é necessário aferir o tato, através de treinamento com amostras analisadas das três classes texturais adotadas como padrões permanentes para comparação; as amostras devem ser bastante amassadas para evitar erros, especialmente no caso de solos com argilas flocculadas que se apresentam como pseudo-areias e, também, para argilas sódicas.

Referências: Bloise e Moreira (1976); Lemos e Santos (1973); Marques (1971).

EXPRESSÃO DE RESULTADOS

3. Exp. Res.

PARA FINS DE LEVANTAMENTO

|                              |                |               |
|------------------------------|----------------|---------------|
| - 3.2 pH EM ÁGUA             | --             | uma decimal   |
| - 3.3 CÁLCIO + MAGNÉSIO      | meq/100 g TFSA | uma decimal   |
| - 3.4 ALUMÍNIO TROCÁVEL      | meq/100 g TFSA | uma decimal   |
| - 3.5 FÓSFORO ASSIMILÁVEL    | ppm            | sem decimal   |
| - 3.6 POTÁSSIO TROCÁVEL      | meq/100 g TFSA | duas decimais |
| - 3.7 SÓDIO TROCÁVEL         | meq/100 g TFSA | duas decimais |
| - 3.10 HIDROGÊNIO + ALUMÍNIO | meq/100 g TFSA | uma decimal   |
| - 2.14 VALOR S               | meq/100 g TFSA | uma decimal   |
| - 2.17 VALOR T               | meq/100 g TFSA | uma decimal   |
| - 2.18 VALOR V               | %*             | sem decimal   |

PARA FINS DE ASSISTÊNCIA AO AGRICULTOR

|                           |                 |             |
|---------------------------|-----------------|-------------|
| - 3.2 pH EM ÁGUA          | --              | uma decimal |
| - 3.3 CÁLCIO + MAGNÉSIO   | meq/100 ml TFSA | uma decimal |
| - 3.4 ALUMÍNIO TROCÁVEL   | meq/100 ml TFSA | uma decimal |
| - 3.5 FÓSFORO ASSIMILÁVEL | ppm             | sem decimal |
| - 3.6 POTÁSSIO TROCÁVEL   | ppm             | sem decimal |

\* - ver descrição do método

TFSA - Terra fina seca ao ar.

---

EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análise de solo  
Parte 3 - Análises de fertilidade

---

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

3.Ref. Bibl.

---

- BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc., Amer. Soc. Agron. 1965. 2v. (Agronomy,9).
- BLOISE, R.M. & MOREIRA, G.N.C. Métodos de análise de solo e calcário. Rio de Janeiro, SNLCS/EMBRAPA, 1976. (Boletim Técnico, 55).
- CATE, R.B. Sugestões para adubação na base de análise de solo. 1a. aprox. Int. Test. Proj. Recife, 1965.
- CATE, R.B. & NELSON, L.A. A rapid method for correlation of soil test analysis with plant response data. 1965. (Int. Soil Test. Series Tech. Bull. 1) .
- GOEDERT, W.J. & KLAMT, E. Influência da calagem na potencialidade dos solos. Porto Alegre, UFRS, Faculdade de Agron. Vet., 1969. (Folheto Informativo, 3).
- INTERNATIONAL SOIL TESTING. Annual report contract AID/csd-287. Raleigh. North Carolina State University, 1966.
- KALCKMAN, R.E. & FRATTINI, C.T.A. Contribuição à interpretação das análises de potássio, em solos do Rio Grande do Sul. Pesq. Agropec. Bras. Rio de Janeiro, 2: 263-67, 1967.
- LEMOS, R.C. & SANTOS, R.D. dos. Manual de métodos de trabalho de campo. Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1973. 36 p.
- MARQUES, J.Q.M. Manual brasileiro para levantamento da capacidade de uso da terra. Rio de Janeiro, Escr. Tecn. Agric. Brasil - Estados Unidos, 1971. (3a. aprox.). 433 p.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 3. Ref. Bibl. (cont.)

---

- MIELNICZUK, J.; LUDWICK, A. & BOHNEN, H. Recomendações de adubo e calcário para solos do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, UFRGS, Fac. Agron. Vet. 1969. 29 p. (Boletim Técnico, 2).
- MUZILLI, O.; KALCKMAN, R.E. & MUNHOZ, F.G. Estudo da correção da acidez dos solos do Estado do Paraná. I. Determinação de curvas de neutralização em latossolos roxo do Oeste. Rev. Esc. Agron. Vet. UFP. Curitiba, 5: 25-34, 1969.
- PEARSON, R.W. & ADAMS, F. Soil acidity and liming. Madison, Wisc. Amer. Soc. Agron. 1967. (Agronomy, 12).
- PIERRE, W.H.; POHLMAN, G.G. & McILVAINE, T.C. Soluble aluminium studies. I. The concentration of aluminium in the displaced soil solution of naturally acid soils. Soil Sci. 34: 145-60, 1932.
- RISPOLI, J.C.S. & BODZIACK JUNIOR, C. Estudo do fósforo residual em ensaio de adubação. Rev. Esc. Agron. Vet. UFP. Curitiba, 5: 53-7, 1969.
- SÁ JUNIOR, J.P.M.; GOMES, I.F. & VASCONCELOS, A.L. Retenção de fósforo em solos da Zona da Mata de Pernambuco. Pesq. Agrop. Bras. Rio de Janeiro, 3: 183-88, 1968.
- VETTORI, L. Métodos de análise de solo. Rio de Janeiro, EPFS, 1969. 24p (Boletim Técnico, 7).
- WOLKWEISS, J.J. & LUDWICK, A.E. Escolha do corretivo de acidez do solo. Porto Alegre, UFRGS, Fac. Agron. Vet. 1969. (Folheto, 2).
- \_\_\_\_\_ & \_\_\_\_\_. O melhoramento do solo pela calagem. Porto Alegre, UFRGS, Fac. Agron. Vet. 1971. 30 p. (Boletim Técnico, 1).

Calhaus e cascalhos:

- realizada durante a preparação da amostra de solo para fins de caracterização física e química, conforme descrito no método 1.2 (análises físicas).

Areia grossa e areia fina:

- realizada no laboratório de física de solo como parte integrante da análise granulométrica - dispersão total da terra fina, conforme descrito no método 1.16.1 e 1.16.2
- as amostras são colocadas em saquinhos plásticos com etiquetas de referência e enviadas ao laboratório de mineralogia.

Amostragem para análise mineralógica:

- homogeneizar o material, agitando várias vezes os saquinhos plásticos;
- processar o quarteamento necessário, para a obtenção de uma parte representativa, da seguinte maneira:
- colocar aproximadamente 6 g do material sobre placa milimetrada ou papel milimetrado e espalhar o mesmo de maneira uniforme, formando um quadrado;
- separar o material em quatro partes iguais com o auxílio de um pincel fino e tomar como referência dois quadrantes opostos.

OBS: No caso de se dispor de quarteadores especiais, a operação torna-se mais fácil.

Referências: Carneiro et alii (1961); Brasil IQA (1949).

SEPARAÇÃO DOS MINERAIS  
MÉTODO POR DENSIDADE4.2  
4.2.1 (U)

- pesar 2 g do material a ser separado e colocar em funil de decantação contendo bromofórmio ( $d = 2,9$ ), de modo que este ocupe  $4/5$  do volume do funil;
- agitar o funil lentamente e deixar decantar a fração desejada;
- recolher a fração decantada - fração pesada - (minerais  $d > 2,9$ ) em papel de filtro colocado sobre funil de 55 mm de diâmetro, recebendo o filtrado em erlenmeyer de 250 ml;
- recolher da mesma maneira o material sobrenadante no bromofórmio - frações média e leve - (minerais  $d < 2,9$ );
- lavar bem as frações contidas em cada funil com éter ou álcool etílico.
- secar as frações recolhidas a temperatura inferior a  $100^{\circ}\text{C}$ .

No caso de se desejar separar a fração média da leve, proceder da seguinte maneira:

- lavar com álcool a aparelhagem usada anteriormente e deixar secar;
- colocar o material restante após a retirada da fração pesada, num líquido de densidade 2,6 (bromofórmio e clorofórmio - 80 partes para 20 partes, respectivamente);
- seguir normalmente a metodologia indicada, recebendo as frações média e leve em dois funis.

Material empregado:

- bromofórmio p.a.  $d = 2,9$
- clorofórmio p.a.  $d = 1,489$
- álcool etílico
- éter sulfúrico



SEPARAÇÃO DOS MINERAIS  
MÉTODO POR DENSIDADE

4.2

4.2.1 (cont.)

---

OBS: A utilização do aparelho de Brögger facilita a separação por densidade.

Referências: Parfenoff et alii (1970); Carneiro (1960) (1977);  
Camargo & Vageler (1937).

SEPARAÇÃO DOS MINERAIS  
MÉTODO POR AÇÃO MAGNÉTICA

4.2

4.2.2 (U)

---

- colocar uma quantidade conhecida da amostra sobre papel milimetrado e distribuir uniformemente;
- passar o ímã de mão, sob o papel;
- os grãos ferro-magnéticos são atraídos pelo ímã, deslocando-se sobre o papel, podendo ser separados.

OBS: a fração ferro-magnética é constituída principalmente de óxidos de ferro (magnetita, titano-magnetita, ilmenita magnética e outros). Na percentagem desses minerais podem estar incluídos alguns minerais não magnéticos, mas que possuem inclusão de magnetita.

ANÁLISE DOS MINERAIS  
SOB LUPA BINOCULAR

4.3  
4.3.1 (U)

- colocar a amostra sobre placa milimetrada ou papel milimetrado e levar à lupa binocular;
- identificar os minerais quanto aos seguintes aspectos: superfícies, dureza, fragilidade, brilho, forma, cor, clivagem e fratura..

OBS: este método permite isolar os grãos para estudo no microscópio polarizante e testes químicos; pode também ser usado para calhaus e cascalhos.

Referências: Marshall (1940); Krumbein e Pettjohn (1938); Carneiro (1958); Milner (1962); Parfenoff et alii (1970); Cailleux & Tricart (1959).

|   |                  |
|---|------------------|
| EMBRAPA - SNLCS Manual de métodos de análises de solo |                  |
| Parte 4 - Análises mineralógicas                      | Método 4.3       |
| ANÁLISE DOS MINERAIS<br>NO MICROSCÓPIO POLARIZANTE    | 4.3<br>4.3.2 (U) |

1a. parte: - Preparação da lâmina

Montagem com o bálamo-do-canadá

- colocar o material quarteado sobre lâmina de vidro e em seguida adicionar o bálamo-do-canadá, de modo a formar um anel em torno dos grãos;
- aquecer o conjunto em placa aquecedora ou platina de Malassez e com o auxílio de um estilete ou agulha, tocar os minerais para uniformizar os grãos e retirar as bolhas de ar;
- cobrir a preparação com uma lamínula, quando o bálamo estiver no ponto;
- deslocar a lamínula até um ângulo de 45°, deixando que esta tombe normalmente sobre o bálamo, reduzindo as bolhas de ar;
- exercer pressão sobre a lamínula, com o cabo de uma agulha para expulsar o excesso de bálamo e obter espessura conveniente;
- deixar esfriar e secar;
- retirar o excesso de bálamo com gilete e fazer o acabamento com xilol.

Montagem com líquidos de índices de refração conhecidos

- triturar em gral mineral ou minerais que se deseja determinar;
- colocar o material triturado no centro da lâmina;
- pingar poucas gotas do líquido;
- cobrir com a lamínula ;
- a lâmina está pronta para ser levada ao microscópio.

ANÁLISES DOS MINERAIS  
NO MICROSCÓPIO POLARIZANTE

4.3.2 (cont.)

2a. parte - Determinação dos minerais

- em luz natural - com polaróides ou nicóis em posição paralela (sem analisador): identificar minerais transparentes (isótropos ou anisótropos), segundo as seguintes propriedades: índice de refração, coloração e forma das secções.
- em luz polarizada - com nicóis ou polaróides cruzados (polarizador + analisador): identificar minerais pertencentes aos sistemas tetragonal, hexagonal, trigonal, rômico, monoclinico e triclínico (que são birrefringentes), segundo as seguintes propriedades: ângulo de extinção, birrefringência, sinal de alongamento, tipo de macla ou geminação.
- em luz convergente - (com nicóis ou polaróides cruzados): identificar os minerais com relação à figura de interferência, sinal ótico e ângulo dos eixos óticos.

OBS: a montagem é feita com líquidos de índices de refração conhecidos "Cargille" ou bálamo-do-canadá.

Referências: Fry (1933); Winchell e Winchell (1951); Roubault et alii (1963); Parfenoff et alii (1970).

CONTAGEM DOS MINERAIS  
MÉTODO SEMIQUANTITATIVO VISUAL

4.4  
4.4.1 (U)

---

- fazer estimativa volumétrica dos diferentes minerais em relação ao volume total da amostra; os resultados são obtidos em percentagens aproximadas.

OBS: é utilizada como auxílio a tabela para avaliação de mosqueado em solos e fragmentos grosseiros do U.S.D.A.

Referência: Parfenoff et alii (1970).

CONTAGEM DOS MINERAIS  
MÉTODO SEMIQUANTITATIVO VISUAL

4.4

4.4.2 (U)

---

- pesar as frações obtidas na separação densimétrica;
- fazer avaliação volumétrica dos diferentes minerais de cada fração - (% sob lupa binocular) - conforme já especificado;
- relacionar esta avaliação com a densidade de cada mineral - (realizando-se operações simples, obtêm-se a % em peso).

OBS: uma avaliação mais precisa é feita a partir de contagem dos grãos após quarteamento, com lâminas montadas, contando-se de 100 a 300 grãos, quando o número de espécies minerais é limitado e de 500 a 600 grãos caso aumente o número de espécies minerais, usando-se a platina integradora de Shand, o contador de pontos Swift ou o papel milimetrado.

Obtêm-se assim, uma percentagem, em volume.

A representação dos resultados geralmente é feita em percentagem ou por representação gráfica.

Referências: Parfenoff (1970); Carneiro et alii (1977); Cady (1959);  
Johannsen (1918).

MICROTESTES QUÍMICOS  
TESTE PARA O MANGANÊS

4.5  
4.5.1 (U)

---

- colocar os grãos que se deseja determinar sobre lâmina de vidro;
- adicionar em seguida algumas gotas de água oxigenada 1:1;
- a efervescência indica presença de manganês.

OBS: Nas areias grossa e fina às vezes não se faz a trituração; só nos ca  
lhaus e cascalhos.

Referências: Feigl (1958); Parfenoff et alii (1970).



---

MICROTESTES QUÍMICOS  
TESTE PARA O CALCÁRIO

4.5

4.5.2 (U)

---

- pegar uma pequena porção da amostra;
- triturar se necessário;
- colocar em tubo de ensaio, com ácido clorídrico 1:1.
- a efervescência indica presença de calcário.

Referências: Feigl (1958); Parfenoff et alii (1970).

---

MICROTESTES QUÍMICOS  
TESTE PARA O TITÂNIO

---

4.5.  
4.5.3 (U)

- fazer uma pérola;
- manter a pérola ao rubro por 5 minutos;
- moer após o resfriamento e colocar em cadinho de porcelana;
- adicionar algumas gotas de ácido sulfúrico 1:1 e aquecer lentamente;
- adicionar algumas gotas de água oxigenada;
- o aparecimento de coloração amarelo-alaranjada indica presença do titânio.

Referências: Feigl (1958); Parfenoff et alii (1970).

|                                 |           |
|---------------------------------|-----------|
| PETROGRAFIA                     | 4.6       |
| CONFEÇÃO DE LÂMINA PETROGRÁFICA | 4.6.1 (U) |

- escolher uma parte da amostra da rocha que melhor represente a composição mineralógica;
- utilizando a "máquina de cortar rocha", cortar um pedaço no disco de diamante;
- polir uma das faces, utilizando o disco de ferro com carborundum, seguindo as técnicas usuais de polimento.
- montar numa lâmina de vidro de 26 x 46 mm;
- remontar a lâmina "montada" sobre placa de vidro grosso ou porcelana, usando para isto, cera ou parafina e utilizando o disco de ferro com carborundum, proceder o desgaste até que a lâmina apresente a espessura de 30 micra;
- utilizar uma lamínula com bálsamo-do-canadá para concluir a preparação da lâmina, conforme já descrito na análise mineralógica.

Referência: Carneiro et alii (1977).

PETROGRAFIA  
ANÁLISE DE LÂMINA PETROGRÁFICA

4.6

4.6.2 (U)

- análise qualitativa

- utilizar o microscópio polarizante, para determinação da textura e identificação dos componentes minerais (essenciais e acessórios) através de suas propriedades óticas.

- análise quantitativa

- determinar as percentagens dos minerais componentes da rocha através da plata integradora de Shand ou do contador de pontos Swift (análise modal).

Referências: Johannsen (1918); Krumbein e Pettijohn (1938); Milner (1962); Rogers e Kerr (1942); Deer et alii (1966); Roubault et alii (1963); Williams et alii (1954).

- BRASIL. Departamento Nacional de Pesquisa Agropecuária. Divisão de Pesquisa Pedológica. Levantamento de reconhecimento dos solos do Sul do Estado de Mato Grosso. Rio de Janeiro, 1971. 839 p. (Boletim Técnico, 18).
- CADY, J. C. Petrographic microscope techniques. In: BLACK, C. A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc. American Society of Agronomy, 1959. Part 1. p. 604-30. (Agronomy, 9).
- CAILLEUS, A. & TRICART, J. Initiation à l'étude des sables et des galets. Paris, Centre Docum. Univ. 1959. 202 p.
- \_\_\_\_\_, & CHAVAN, A. Détermination pratique des roches. 8 ed. Paris, Société d'Édition d'Enseignement Supérieur, 1965. 194 p.
- CAMARGO, T. de & VAGELER, P. Analyse de solos. II. Analyse mineralógica. Instituto Agrônômico, Campinas, 1937. 40 p. (Boletim Técnico, 31).
- CARNEIRO, L.R.S. da. Gênese e reserva do solo podzólico-vermelho pardo. Rio de Janeiro, CNEPA, 1960. 34 p. (Boletim Técnico, 59).
- \_\_\_\_\_. A mineralogia dos grandes grupos de solos do Estado do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, I.Q.A. 1958. 50 p. (Boletim, 55).
- \_\_\_\_\_. ; ANTONELLO, L.L. & BEZERRA, T.C.L. Estudo micropedológico e pesquisa sobre gênese de podzólico vermelho amarelo equivalente eutrófico da região do Vale do Rio Doce - Minas Gerais. Rio de Janeiro, SNLCS, 1977. 130 p. (Boletim Técnico, 43).
- CAROZZI, A.V. Microscopic sedimentary petrography. New York, John Willey & Sons, 1960. 473 p.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 4. Ref. Bibl. (cont.)

---

- DANA, J. D. Manual de mineralogia. Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos, 1974. v. 1. 354 p.
- DEER, W.A.; HOWIE, R.A. & ZUSMAN, J. An introduction to the rock-forming minerals. London, Longmans, 1966. 519 p.
- DEL NEGRO, C. Investigação mineralógica dos solos. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1938. 8 p. (Boletim Técnico, 2).
- FEIGL, F. Spot text in inorganic analysis. 5 ed. Amsterdam, Elsevier, 1958. 546 p.
- FRY, W.H. Petrographic methods for soil laboratories. Washington, D.C., USDA, 1933. (Tech. Bull. Division of Soil Chemistry and Soil Physics Investigations, 344).
- GROUT, F.F. Petrography and petrology. New York, McGraw-Hill, 1932. 505 p.
- HATCH, F.H.; WELLS, A.K. & WELLS, M.K. Petrology of the igneous rocks. 12 ed. London, Thomas Murby, 1961. 506 p.
- JOHANNSEN, A. Manual of petrography methods. 2 ed. New York, McGraw-Hill, 1918. 649 p.
- KERR, P.F. Optical mineralogy. New York, McGraw-Hill, 1959.
- KRUMBEIN, W.C. & PETTIJOHN, F. J. Manual of sedimentary petrography. New York, Appleton Century, 1938. 539 p.
- KUNZE, G.W. Pretreatment of mineralogical analysis. In: BLACK, C.A. ed. Methods of soil analysis. Madison, Wisc. American Society of Agronomy, 1959. Part 1. 568-77. (Agronomy, 9).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 4. Ref. Bibl. (cont.)

---

- LEMONS, R.C. & SANTOS, R.D. Manual de método de trabalho de campo. Campinas, Soc. Bras. Ciên. Solo, 1973. 36 p.
- LEBY, A.M. & LACROIX, A. Les mineraux des roches. Paris, Librarie Polytechnique, Baudy, 1888. 327 p.
- MABESOONE, J.M. Sedimentologia. Recife, Universidade de Pernambuco, 1968. 455 p.
- MARSHALL, C.E. A petrographic method for the study of soil formation process. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 5: 100-03, 1940.
- MILNER, H.B. Sedimentary petrography. 4 ed. New York, Macmillan, 1962.
- MONIZ, A.C. & JACKSON, M.L. Quantitative mineralogical analysis of Brazilian soil derived from rock basic and slate. Wisconsin. Soil Sci. 1967. 74 p.
- PARFENOFF, A.; POMEROL, C. & TOURENQ, J. Les mineraux en grains; méthodes d'étude et determination. 6 ed. Paris, Masson, 1970. 579 p.
- PEARS, R.M. Rocks and minerals. New York, Barnes & Noble, 1966. 263 p.
- PETTIJOHN, F.J. Sedimentary rocks. 2 ed. New York, Harper & Brothers, 1957. 701 p.
- READ, H.H. Rutley's elements of mineralogy. 26 ed. London, Thomas Murby, 1970. 542 p.
- ROGERS, A.F. & KERR, P.F. Optical mineralogy: thin-section mineralogy. 2 ed. New York, McGraw-Hill, 1942. 377 p.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 4. Ref. Bibl. (cont.)

---

ROUBAULT, M.; FABRIES, J.; TOURET, J. & WEISBROD, A. Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant. Paris, Lamarre-Poinat, 1963. 348 p.

SAAGGERSON, E.P. Identification tables for minerals in thin sections. London, Longman, 1975. 373 p.

SILVA, R.R. da.; ALMEIDA, G.C.L. & SOUTO MAIOR, R. Identificação microscópica dos componentes minerais dos solos (estudo de um perfil de solo em Bezerros). Recife, IPA, 1957. 50 p. (Publicação, 3).

SLATER, A.C. Minerais e minérios. São Paulo, Lep. 1952. 157 p.

SPOCK, L.E. Guide to the study of rocks. 2 ed. New York, Harper & Brothers, 1962. 291 p.

WASHSTRON, E. Optical crystallography. 2 ed. New York, John Willey, 1951.

WILLIAMS, H.; TURNER, F.J. & GILBERT, C.M. Petrography: an introduction to the study of rocks in thin sections. San Francisco, W.H. Freeman, 1954. 403 p.

WINCHELL, A.N. Elements of optical mineralogy. 5 ed. New York, John Willey, 1948. Part 1. 255 p.

\_\_\_\_\_. Elements of optical mineralogy. 2 ed. New York, John Willey & Sons, 1948. Part 3. 217 p.

\_\_\_\_\_. & WINCHELL, H. Elements of optical mineralogy. 4 ed. New York, John Willey, 1951. Part 2.



Impresso nas oficinas da  
GRÁFICA EDITORA ARTE MODERNA LTDA.  
Av. Mem de Sá, 236 — Tel.: 232-4656  
Rio de Janeiro — RJ