



EMBRAPA

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Vinculada ao Ministério da Agricultura

FOL 1958

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS

Boletim Técnico nº 55

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

Rio de Janeiro
1979

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

ERRATA

Pág.	Linha	Onde se lê	Leia-se
3	24	Índice	Índice
15	1	fôstofo	fósforo
16	17	0,5	0,5 g
17	12	HCl 0,05 N	HCl 0,05 N e H ₂ SO ₄ 0,025 N
18	19	guarda em sua proporção constante e, se levada a um gráfico, dá	guardam uma proporção <u>cons</u> tante e, se levadas a um gráfico, dão
24	24	para	por
29	25	A titulação deve consumir mais;	A titulação deve consumir exatamente 10 ml da solução de EDTA 0,02 N; se consumir mais,

Embrapa

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

PEDE-SE PERMUTA
PLEASE EXCHANGE
NOUS DEMANDONS L'ÉCHANGE

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária.

Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, Rio de Janeiro.

Bloise, Raphael M.

Métodos de análise de solos e calcários. por Raphael M. Bloise,
Gisa N. C. Moreira e José Flávio Dynia. 2 ed. rev. Rio de Janeiro,
EMBRAPA/SNLCS, 1979.

8 + 32 p.

(Boletim Técnico, 55)

I. Solos – Análise. I. Moreira, Gisa N. C. colab. II. Dynia, José Flávio
colab. III. Título. IV. Série.

CDD 631.41.



EMBRAPA

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA

Vinculada ao Ministério da Agricultura

SERVIÇO NACIONAL DE LEVANTAMENTO E CONSERVAÇÃO DE SOLOS

Boletim Técnico nº 55

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

Rio de Janeiro
1979

EDIÇÃO REVISADA E ATUALIZADA

Endereço:

EMBRAPA

Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos

Rua Jardim Botânico, 1024

20.000 – Rio de Janeiro – Brasil

PARTICIPANTES

*Raphael Minotti Bloise**

*Gisa Nara Castellini Moreira**

*José Flávio Dynia**

Í N D I C E

INTRODUÇÃO	1
Dados Fornecidos	3
ANÁLISE DE SOLOS	5
Entrada de amostras	5
Preparo	5
Métodos de análise	6
1. Textura expedita	6
2. pH em água	6
3. Alumínio e cálcio + magnésio trocáveis	7
Extração	8
3.1 Determinação do cálcio + magnésio trocáveis	8
3.2 Determinação do alumínio trocável	8
Reagentes para cálcio + magnésio	9
Coquetel	9
Solução tampão	9
Cianeto de potássio a 10%	9
EDTA 0,05 M	9
EDTA 0,025 N	10
CaCO ₃ 0,05 M	10
Eriochrome Black-T	11
Alcool metílico + bórax	11
Reagentes para alumínio	11
Azul de bromotimol	11
NaOH 1 N	12
NaOH 0,1 N	12
NaOH 0,025 N	12
5. Fósforo assimilável e potássio e sódio trocáveis	13
Extração	14
5.1 Determinação do fósforo assimilável	15
Reagentes para fósforo	16

Solução ácida de molibdato de amônio	16
Preparo de padrões	16
Cálculo do fator	19
5.2. Determinação do potássio e do sódio trocáveis	19
Preparo dos padrões	20
Dados adicionais	22
6. Determinação do hidrogênio + alumínio trocáveis	22
Reagentes para hidrogênio + alumínio	23
Solução extratora	23
Fenolftaleína a 1%	23
HCl 0,1 N	24
7. Determinação do cálcio trocável	24
Reagentes para cálcio	25
KOH a 10%	25
Murexida	25
8. Determinação do magnésio trocável	25
9. Soma de bases trocáveis	25
10. Capacidade de troca de cations	25
11. Índice de saturação de bases	26
12. Índice de saturação de alumínio	26
ANÁLISE DE CALCÁRIOS	27
Métodos de análise	27
Determinação do cálcio + magnésio	27
Determinação do cálcio	28
Reagentes	29
EDTA 0,02 N	29
Cálculos	30
Determinação da granulometria	30
Cálculo do PRNT	31
Bibliografia consultada	32

INTRODUÇÃO

A Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, atual Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, publicou em 1969 o Boletim Técnico nº 7, sob o título "Métodos de Análise de Solos", em que era especificada a metodologia adotada pelos laboratórios da então EPFS.

O presente Boletim Técnico, em segunda edição revista, apresenta, de modo detalhado, os métodos usados no Laboratório de Fertilidade do Solo e acrescenta as modificações havidas posteriormente. Além disso, inclui os métodos adotados para a análise de calcários.

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS E CALCÁRIOS

Quando uma análise de solo é solicitada ao Laboratório de Fertilidade do SNLCS, são normalmente fornecidos os seguintes dados:

- Textura (determinação expedita)
- pH em água
- Cálcio trocável
- Magnésio trocável
- Alumínio trocável
- Fósforo assimilável
- Potássio trocável
- Recomendação de calcário (quando necessário)
- Recomendação de adubação

Quando se trata de amostras provenientes das frentes de levantamento de solos deste serviço, ou quando o interessado os solicita, são fornecidos ainda os seguintes dados, considerados adicionais:

- Hidrogênio trocável + Alumínio trocável
- Sódio trocável
- Cálcio trocável
- Magnésio trocável
- Soma de bases trocáveis (Valor S)
- Capacidade de troca de cations (Valor T)
- Índice de saturação de bases (Valor V)
- Índice de saturação de alumínio trocável

Nas análises de calcários, os dados fornecidos são:

- Teor de Carbonato ou Óxido de Cálcio
- Teor de Carbonato ou Óxido de Magnésio
- Teor de resíduos insolúveis

- Granulometria
- Poder relativo de neutralização total. (PRNT)
- Interpretação dos resultados

A N Á L I S E D E S O L O S

ENTRADA DE AMOSTRAS DE SOLOS

Ao receber a amostra, verificar os dados constantes na embalagem da mesma:

- a) Nome do interessado
- b) Procedência (estado, município, nome da propriedade)
- c) Identificação da amostra (nº ou marca)
- d) Cultura a ser feita

Preparar um protocolo em que conste, além dos dados acima, o total de amostras que compõem a remessa. Esse protocolo é encaminhado ao Setor Administrativo, para quitação da importância devida, caso as amostras sejam solicitadas por particulares. Se as análises destinam-se a Levantamento de Solos do próprio SNLCS (ou a pesquisas de outros órgãos oficiais), tal protocolo seguirá ao mesmo Setor para simples registro.

PREPARO DAS AMOSTRAS DE SOLOS

As amostras seguem para a sala de preparo, onde são registradas em livro especial, recebem o número de laboratório e passam à secagem em estufa com circulação de ar forçada, à temperatura de 40°C. Depois de secadas, são destorroadas com rolo de madeira sobre sola grossa, cujo forro, constituído de folha de jornal, é mudado a cada amostra. Passar a amostra por peneira com malha de 2mm, obtendo-se a terra fina seca ao ar - TFSA - que é colocada nas caixinhas apropriadas. Com isso, a amostra está pronta para análise.

MÉTODOS DE ANÁLISE DE SOLOS

1. Textura (determinação expedita)

É avaliada através do tato, ao esfregar um pouco do solo úmido entre os dedos. É importantíssimo homogeneizar bem a massa de solo umedecido, prestando toda atenção às variações de sensação. Quando esta se mantém idêntica após seguidas manipulações, procurar avaliar as percentagens de frações presentes no solo estudado. É um trabalho que exige grande perícia do técnico, uma vez que é praticamente impossível encontrar solos com uma só fração granulométrica. Se isso fosse possível, as sensações seriam:

areia = atrito

silte = sedosidade

argila = plasticidade e pegajosidade

O técnico encarregado dessa determinação deve ser treinado, usando-se para tal fim solos com composição granulométrica definida por análise, e que representem as classes simples:

leve (< 18% de argila)

intermediária (18 - 35% de argila)

pesada (> 35% de argila)

2. pH em água (1:2,5)

Em copo plástico de ± 100 ml, colocar 10 ml de TFSA e 25 ml de água destilada ou deionizada. Agitar com bastão de vidro, lavando-o ao passar de uma amostra a outra. Deixar em repouso por uma hora ou mais.

O aparelho usado nessa determinação é o potenciômetro provido de eletrodos de vidro e calomelano. Deve ser calibrado com soluções tampão (padrões) de pH 7,0 e pH 4,0, uma vez que a maioria dos solos apresenta pH dentro dessa faixa.

Os padrões são guardados em geladeira para evitar o desenvolvimento de fungos, sendo necessário retirá-los do refrigerador com tempo suficiente (pelo menos 1 hora) para que sua temperatura se iguale à da mistura de água + solos dos copos. Costuma-se manter, ao lado do potenciômetro, um termômetro mergulhado em água, a fim de regular o aparelho na temperatura das soluções antes de qualquer calibração.

As operações de medição do pH são feitas na seguinte ordem:

- 1º. Retirar os padrões do refrigerador, colocando-os ao lado do potenciômetro.
- 2º. Colocar a água nos copos que já deverão conter a terra, e agitar.
- 3º. Ligar o potenciômetro, pelo menos 30 minutos antes do início das determinações.
- 4º. Verificar a temperatura e regular o aparelho.
- 5º. Aferir o aparelho no zero e com as soluções tampão de pH 7,0 e pH 4,0. Iniciar imediatamente as determinações, agitando cada amostra com bastão de vidro, como da primeira vez, antes de mergulhar os eletrodos na mesma.

Nota: Não é necessário lavar os eletrodos ao passar de uma amostra a outra, sendo porém indispensável lavá-los cuidadosamente e secá-los com papel de filtro antes e após serem mergulhados em cada um dos padrões.

Após as determinações, lavar os eletrodos e deixá-los imersos em um copo com água destilada, onde devem permanecer sempre, mesmo com o aparelho desligado.

3. Alumínio e Cálcio + Magnésio trocáveis

O extrator é uma solução de KCl 1N

KCl PM = 74,557

Solução KCl 1N = 74,557 g/litro

Na prática, tomar 746 g de KCl, passar para balão de 10 litros e completar o volume com água destilada.

Extração:

Em erlenmeyer de 125 ml, colocar 10 ml de TFSA e 100 ml da solução extratora. Agitar por 5 minutos em agitador circular horizontal. Isto é feito à tarde. Ao retirar as baterias do agitador, ter o cuidado de desmanchar os montículos de terra que se formam no centro dos erlenmeyers. Deixa-se decantar durante a noite.

No dia seguinte, sem filtrar, pipetar 2 alíquotas de 25 ml do líquido sobrenadante: uma delas destina-se à determinação do cálcio + magnésio trocáveis e a outra à determinação do alumínio trocável.

3.1 Determinação do cálcio + magnésio trocáveis

Em uma das alíquotas de 25 ml do extrato de solo, colocar 4 ml de um coquetel constituído de solução tampão, cianeto de potássio e trietanolamina. Titular com EDTA (sal disódico) 0,025 N - normalidade exata - usando Eriochrome Black T como indicador. Após acrescentar o coquetel, colocar pequena quantidade (± 30 mg) de ácido ascórbico. Viragem do róseo para azul puro.

Nota: O indicador (3 gotas) deve ser colocado imediatamente antes de começar a titulação; se, ao se aproximar o final desta, a cor esmaecer, colocar mais duas gotas do indicador. A leitura na bureta corresponde ao teor de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$, em me/100 ml de terra fina.

3.2 Determinação do alumínio trocável

Na outra alíquota de 25 ml do extrato de solo, colocar 3 gotas do indicador Azul de Bromotimol a 0,1% e titular com NaOH 0,025 N - normalidade exata - protegida contra CO_2 .

Viragem do amarelo para o verde. A leitura na bureta corresponde ao teor de Al^{+++} , em me/100 ml de terra fina.

Preparo dos reagentes para Ca^{++} + Mg^{++} e Al^{+++}

Reagentes para Ca^{++} + Mg^{++} :

Coquetel - para preparar 1 litro, colocar em proveta graduada:

600 ml de solução tampão

300 ml de trietanolamina

100 ml de KCN a 10%

Homogeneizar com bastão de vidro e estocar em frasco bem tampado.

Solução tampão - para preparar 1 litro, colocar em proveta graduada:

67,5 g de NH_4Cl em 200 ml de água

600 ml de amônia concentrada

0,616 g de $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$

0,930 g de EDTA (sal dissódico)

Completar a 1 litro com água destilada e homogeneizar.

Estocar.

Nota: Controlar a neutralidade em relação ao Mg e ao EDTA, do seguinte modo: em erlenmeyer de 125 ml, colocar 3 ml de solução tampão, 30 ml de água destilada e 3 gotas de Eriochrome Black-T. Com 1 gota de EDTA 0,025 N deve virar para o azul.

KCN a 10% - Pesar 100 g de KCN p.a., passar para balão de 1 litro e completar o volume com água destilada.

EDTA - Partindo do sal dissódico, preparar solução 0,05 M

Solução 1 M = 372,252 g/litro

Solução 0,05 M = x

$x = 0,05 \times 372,252 = 18,6126$ g/litro

Ver a pureza no rótulo do frasco. Geralmente é de 99%.

Fazer a correção:

Pureza 100% = 18,6126 g/litro

Pureza 99% = x

$$x = \frac{18,6126 \times 100}{99} = 18,800 \text{ g/litro}$$

Corrigir o título usando solução CaCO_3 0,05 M

- em erlenmeyer de 125 ml, colocar:

10 ml de solução CaCO_3 0,05 M

4 ml de coquetel

30 ml de água destilada

3 gotas de Eriochrome Black-T

A titulação deve consumir exatamente 10 ml da solução EDTA 0,05M. Se consumir mais, ir acrescentando pitadas de EDTA, até acertar o título.

EDTA 0,025 N - Preparar a partir da solução estoque 0,05 M.

Solução 0,05 M x 2 (sal dissódico) = solução 0,1 N

Para preparar 1 litro da solução 0,025 N a partir da solução 0,1 N:

$$\begin{aligned} VN &= V'N' & V &= 1000 \text{ ml} \\ 1000 \times 0,025 &= V' \times 0,1 & N &= 0,025 \text{ N} \\ V' &= \frac{1000 \times 0,025}{0,1} = \frac{25}{0,1} = 250 \text{ ml} & V' &= ? \\ & & N' &= 0,1 \text{ N} \end{aligned}$$

Diluir 250 ml da solução de EDTA 0,1 N (ou 0,05 M) a 1 litro para obter uma solução de EDTA 0,025 N.

CaCO_3 0,05 M - Partir de CaCO_3 p.a., sabendo que

PM = 100,0893 g.

1 mol = 100,0893

$$0,05 \text{ mol} = x \quad x = 0,05 \times 100,0893 = 5,0040 \text{ g/litro}$$

Pesar 5,0040 gramas de CaCO_3 p.a. e colocar em becher de 300 ou 400 ml.

Umedecer ligeiramente com água destilada e adicionar, gota a gota, HCl concentrado, até cessar a efervescência. Dissolver com água destilada. Caso o CaCO_3 não se dissolva totalmente, aquecer até a dissolução total. Passar para balão aferido de 1 litro, lavando o becher cuidadosamente, por várias vezes, com água destilada, e colocando as águas de lavagem no balão. Completar o volume a 1 litro.

Eriochrome Black-T - Dissolver 0,2 g de Eriochrome Black-T em 50 ml de álcool metílico contendo 16 g de bórax por litro.

Álcool metílico + bórax - Dissolver 4 g de bórax em 250 ml de metanol. O bórax é pouco solúvel. Se não dissolver, levar ao banho-maria até a dissolução total. CUIDADO - ao ser levado ao banho-maria, a chama pode explodir o metanol. Usar um recipiente grande (diâmetro grande) para afastar suficientemente o metanol da chama.

Nota importante: Se for necessário levar ao banho-maria, pesar antes. Após a dissolução, esfriar e pesar novamente. Completar a diferença de peso com metanol.

Reagentes para Al^{+++} :

Azul de Bromotimol a 0,1% - Tomar 0,1 g de Azul de Bromotimol, colocar em um gral e juntar 1,6 ml de NaOH 0,1 N.

Triturar bem até o todo ficar azul esverdeado.

Nota: Por vezes a cor permanece âmbar, apesar de bem triturado. Nesse caso, colocar mais al

gumas gotas de NaOH 0,1N e a cor azul esverdeado aparecerá.

Juntar água destilada aos poucos e ir passando para balão de 100 ml, ao mesmo tempo em que se vai lavando o gral. Estando este bem limpo, completar o volume adicionando água diretamente no balão. Guardar em frasco escuro.

NaOH N/1 - O preparo é feito a partir de ampolas com NaOH em solução, e que diluídas a 1 litro dão uma solução de NaOH N/1. O nome comercial dessas ampolas (Fixanal, Normex, Titrisol, Dilut-It) varia conforme o fabricante. Partir da solução N/1 e fazer estoque da solução 0,1 N. Esta, por sua vez, irá sendo diluída a 0,025 N para as titulações.

NaOH 0,1 N - Preparo de 1 litro de solução NaOH 0,1 N, a partir da solução N/1:

$$\begin{array}{ll} VN = V'N' & V = 1000 \text{ ml} \\ 1000 \times 0,1 = V' \times 1 & N = 1000 \text{ N} \\ V' = 1000 \times 0,1 = 100 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 1 \text{ N} \end{array}$$

Pipetar 100 ml da solução de NaOH N/1 para balão aferido de 1 litro e completar o volume.

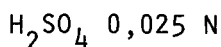
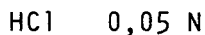
NaOH 0,025 N - Preparo de 1 litro de solução 0,025 N, a partir da solução 0,1 N:

$$\begin{array}{ll} VN = V'N' & V = 1000 \text{ ml} \\ 1000 \times 0,025 = V' \times 0,1 & N = 0,025 \text{ N} \\ V' = \frac{1000 \times 0,025}{0,1} = 250 \text{ ml} & V' = ? \\ & N' = 0,1 \text{ N} \end{array}$$

Pipetar 250 ml da solução de NaOH 0,1 N para balão aferido de 1 litro e completar o volume.

5. Fósforo assimilável e Potássio e Sódio trocáveis

Usa-se uma solução fraca de ácidos como extrator:



Preparo:

HCl 0,05 N - Partindo de HCl concentrado:

$$\text{Solução } 1 \text{ N} = 36,46 \text{ g/litro} \quad \text{PM} = 36,46 \text{ g}$$

$$\text{Solução } 0,050 \text{ N} = x \quad \text{T} = 36\%$$

$$x = 36,46 \times 0,05 = 1,823 \text{ g/litro} \quad \text{d} = 1,19$$

Compensação da densidade:

$$1,19 \text{ g} = 1 \text{ ml}$$

$$1,823 \text{ g} = x \quad x = 1,823/1,19 = 1,532 \text{ ml}$$

Compensação do título:

$$1,532 \text{ ml/litro} = 100\%$$

$$x \text{ ml/litro} = 36\%$$

$$x = \frac{100 \times 1,532}{36} = 4,256 \approx 4,3 \text{ ml/litro}$$

Para uma solução de HCl 0,050 N, diluir 4,3 ml de HCl concentrado a um litro.

H_2SO_4 0,025 N - Partindo de H_2SO_4 concentrado:

$$\text{Solução de } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 1 \text{ N} = \frac{98,08}{2} = 49,04 \text{ g/l}$$

$$\text{PM} = 98,08 \text{ g}$$

$$\text{Solução } 1 \text{ N} = 49,04 \text{ g/litro}$$

$$\text{T} = 96\%$$

$$\text{Solução } 0,025 \text{ N} = x$$

$$\text{d} = 1,84$$

$$x = 0,025 \times 49,04 = 1,226 \text{ g/litro}$$

Compensação da densidade:

$$1 \text{ ml} = 1,84 \text{ g}$$

$$x \text{ ml} = 1,226 \text{ g}$$

$$x = \frac{1,226}{1,84} = 0,666 \text{ ml}$$

Compensação do título:

$$0,666 \text{ ml} = 100\%$$

$$x \text{ ml} = 96\%$$

$$x = \frac{100 \times 0,666}{96} = 0,69 \text{ ml/litro}$$

Para uma solução de H_2SO_4 0,025 N, diluir 0,69 ml de H_2SO_4 concentrado a 1 litro.

- Na prática, preparar 10 litros da solução de HCl 0,050 N e H_2SO_4 0,025 N: Em balão de 10 litros e colocar mais ou menos 5 litros de água destilada. Adicionar 43 ml de HCl e 6,9 ml de H_2SO_4 . Completar o volume, agitando bem.

Nota: Após adicionar o HCl, ter o cuidado de lavar a proveta por 3 vezes, colocando as águas de lavagem no balão.

Extração:

Em erlenmeyer de 125 ml, colocar 10 ml de TFSA e 100 ml da solução extratora (HCl 0,05 N e H_2SO_4 0,025 N). Agitar por 5 minutos em agitador circular horizontal. Isto é feito à tarde. Ao retirar as baterias do agitador, ter o cuidado de desmanchar o montículo de terra que se forma no centro dos erlenmeyers. Deixar decantar durante a noite.

No dia seguinte, sem filtrar, pipetar 25 ml do extrato de solo (líquido sobrenadante) e passar para bateria de frascos plásticos com capacidade aproximada de 30 ml.

Lavar a bateria em que a mistura solo + solução extratora se encontrava, deixando escorrer bem. Em outro alíquotador, pipetar 5 ml (exatamente) dos 25 ml anteriormente extraídos e passar novamente para a bateria de erlenmeyers de 125 ml. Estes 5 ml

se destinam à determinação do fósforo assimilável. Os 20 ml que restam na bateria de frascos plásticos vão para determinação do potássio trocável, e do sódio quando for o caso.

5.1 Determinação do fósforo assimilável

Aos 5 ml do extrato de solo anteriormente pipetados, juntar 10 ml de solução ácida de molibdato de amônio já diluída e uma pitada (mais ou menos 30 mg) de ácido ascórbico. Levar ao agitador circular horizontal por 1 minuto, para homogeneizar.

No prazo médio de 1 hora (45 minutos a 2 horas), iniciar a leitura da densidade ótica na escala logarítmica do fotolorímetro (absorbância), usando o filtro vermelho (comprimento de onda de 660 mμ). Converter a leitura em ppm de P, através de tabela elaborada com a leitura de padrões.

Nota: Há necessidade de lavar os pipetadores (de 25 e 5ml) entre duas pipetagens, por não se ter idéia da concentração de fósforo no extrato. Caso seja alta, o resíduo aderido às paredes das pipetas pode mascarar completamente o resultado da alíquota pipetada imediatamente depois.

Diluição: No caso de amostras que tenham altas concentrações de fósforo assimilável, e seja necessário o resultado exato, proceder a diluição, após decorrer o tempo suficiente para a reação (mínimo de 45 minutos).

Considerar que há no erlenmeyer 15 ml (5 ml do extrato do solo de 10 ml da solução ácida de molibdato). Acrescentar água destilada na proporção de 15 ml ou seus múltiplos, até obter uma intensidade de cor que permita a leitura na escala do colorímetro. Se, ao completar 120 ml a cor ainda for muito intensa, homogeneizar bem o conteúdo com bastão de vidro, pipetar uma porção para outro erlenmeyer e prosseguir a diluição.

Preparo dos reagentes para P assimilável

Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) - Em balão aferido de 1 litro (Pirex ou similar) colocar 2,00 gramas de subcarbonato de bismuto e \pm 250 ml de água destilada; juntar rapidamente 150 ml de H_2SO_4 concentrado (reagente p.a.). Ao cessar a fervura, o sal de bismuto deve estar completamente dissolvido.

Depois de frio, juntar uma solução de 20,0 g de molibdato de amônio em \pm 200 ml de água. Completar a 1 litro e homogeneizar. Fazer estoque.

Solução ácida de molibdato de amônio diluída - Em proveta graduada, colocar 300 ml da solução concentrada e completar a 1 litro com água destilada. Agitar muito bem com bastão de vidro, para homogeneizar. É esta solução que se adiciona ao extrato de solo.

Preparo do padrão concentrado de 50 ppm de P

Em um pesa-filtro, colocar pequena quantidade (0,5 ou menos) de KH_2PO_4 (PM = 136,1) e deixar por uma noite em estufa a 80°C.

$$1 \text{ ppm} = 1 : 1.000.000 = 1 \text{ mg/kg} = 1 \text{ mg/litro}$$

$$\text{Precisamos } 50 \text{ ppm de P} = 50 \text{ mg P/litro}$$

$$136,1 \text{ mg de } KH_2PO_4 = 31 \text{ mg de P}$$

$$x \text{ mg de } KH_2PO_4 = 50 \text{ mg de P}$$

$$x = \frac{131,6 \times 50}{31} = \frac{6.805}{31} = 219,52 \text{ mg de } KH_2PO_4 \text{ por litro}$$

Pesar 0,2195 gramas de KH_2PO_4 , passar para balão aferido de 1 litro, dissolver com água destilada e completar o volume. Na prática, há maior facilidade em trabalhar com um padrão concentrado de 25 ppm: pesar a mesma quantidade de KH_2PO_4 (0,2195 gramas), dissolver com água destilada e comple

tar o volume a 2 litros. Antes de completar o volume, adicionar 3 ml de H_2SO_4 concentrado, para assegurar a perfeita dissolução do fosfato.

Preparo dos padrões de 1, 2, 3 e 4 ppm de P

Partir da solução acima, contendo 25 ppm de P, e preparar 250 ml de cada um dos padrões.

Padrão de 1 ppm de P

$$250 \times 1 = V' \times 25$$

$$V' = \frac{250}{25} = 10 \text{ ml}$$

$$V = 250 \text{ ml}$$

$$N = 1 \text{ ppm}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 25 \text{ ppm}$$

Pipetar 10 ml da solução de 25 ppm de P para balão de 250 ml e completar o volume com a solução extratora de HCl 0,05 N

Padrão de 2 ppm de P

$$250 \times 2 = V' \times 25$$

$$V' = \frac{250 \times 2}{25} = 20 \text{ ml}$$

$$V = 250 \text{ ml}$$

$$N = 2 \text{ ppm}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 25 \text{ ppm}$$

Pipetar 20 ml da solução de 25 ppm de P para balão de 250 ml e completar o volume com a solução extratora de HCl 0,05 N e H_2SO_4 0,025 N.

Padrão de 3 ppm de P

$$250 \times 3 = V' \times 25$$

$$V' = \frac{250 \times 3}{25} = 30 \text{ ml}$$

$$V = 250 \text{ ml}$$

$$N = 3 \text{ ppm}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 25 \text{ ppm}$$

Pipetar 30 ml da solução de 25 ppm de P para balão de 250 ml e completar o volume com a solução extratora de HCl 0,05 N e H_2SO_4 0,025 N.

Padrão de 4 ppm de P

$$250 \times 4 = V' \times 25$$

$$V' = \frac{250 \times 4}{25} = 40 \text{ ml}$$

$$V = 250 \text{ ml}$$

$$N = 4 \text{ ppm}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 25 \text{ ppm}$$

Pipetar 40 ml da solução de 25 ppm de P para balão de 250 ml e completar o volume com a solução extratora de HCl 0,05 N e H₂SO₄ 0,025 N.

Preparo da curva ou tabela para transformação da leitura em ppm de P

A primeira consideração a fazer é que a extração foi feita com 10 ml de TFSA e 100 ml de solução extratora. Então, a concentração de P sofreu uma diluição na razão 1:10. Por essa razão, uma leitura do extrato de solo igual à leitura de cada um dos padrões, deve ser multiplicada por 10. Logo:

Padrão de 1 ppm de P = 10 ppm de P no solo

" " 2 " " " = 20 " " " " "

" " 3 " " " = 30 " " " " "

" " 4 " " " = 40 " " " " "

Caso o colorímetro esteja bem regulado, as leituras desses quatro padrões (em absorbância), guarda em sua proporção constante e, se levada a um gráfico, dá uma reta que passa pela origem, permitindo estabelecer com segurança um único fator para as interpolações.

Leitura de padrões - Em erlenmeyers de 125 ml, tomar 5 ml de cada um dos padrões e adicionar os reagentes necessários, exatamente como no caso do extrato de solo. Fazer 3 repetições de cada padrão. Decorrido o tempo necessário para o completo desenvolvimento da cor (mais ou menos 1 hora) proceder à leitura.

Cálculo do fator (F) - Tem-se então:

ppm - dados pelos padrões (10,20,30 e 40 ppm de P no solo)

leitura (L) - resultado da leitura dos padrões feita na escala logarítmica do fotocolorímetro (absorbância).

$$F = \frac{\text{ppm}}{L} \text{ ou } \text{ppm} = F \times L$$

Tem-se, por hipótese, os seguintes resultados da leitura dos padrões:

<u>Padrão</u>	<u>ppm</u>	<u>Leitura</u>	<u>Fator</u>
P ₁	10	0,160	62,5
P ₂	20	0,320	62,5
P ₃	30	0,480	62,5
P ₄	40	0,640	62,5

O preparo da tabela vai depender da precisão de leitura do fotocolorímetro usado. No Metronic M, a tabela será feita segundo o exemplo:

<u>Fator</u>	<u>x</u>	<u>Leitura</u>		<u>ppm</u>
62,5		0,005	=	0,3 < 1
62,5		0,010	=	0,6 ≈ 1
62,5		0,015	=	0,9 ≈ 1
62,5		0,020	=	1,2 ≈ 1
62,5		0,025	=	1,5 ≈ 2
62,5		0,030	=	1,8 ≈ 2
62,5		0,035	=	2,1 ≈ 2
62,5		0,640	=	40.0 ≈ 40

5.2 Determinação do potássio e do sódio trocáveis

É feita por meio do fotômetro de chama, nos 20 ml do extrato de solo que sobraram após pipetar os 5 ml para a determinação do fósforo assimilável.

Selecionado o filtro conveniente no fotômetro, calibrar o galvanômetro no zero com água destilada e no meio da escala com uma solução padrão contendo 0,2 me/litro de K e 0,2 me/litro de Na.

Tomar outras soluções padrão contendo:

0,1 me/litro de K e 0,1 me/litro de Na

0,3 me/litro de K e 0,3 me/litro de Na

0,4 me/litro de K e 0,4 me/litro de Na

Anotar as leituras correspondentes.

Obtidas essas leituras, construir as curvas, uma para K e outra para Na. A partir dessas curvas, preparar as tabelas. Quando as leituras das amostras caírem fora da escala, diluir até que sua leitura seja possível e levar em conta a diluição ao calcular a concentração de K e Na.

Nota: As leituras dos padrões em me/litro correspondem a me/100 ml na amostra de solo, em razão da diluição de 1:10 na extração (10 ml de TFSA para 100 ml de solução extratora).

Preparo dos padrões para K e Na

Padrão concentrado de 1,0 me/litro de K e 1,0 me/litro de Na.

Para 1 litro, pesar:

0,0746 g de KCl

0,0585 g de NaCl

Os cloretos devem ser previamente secados em estufa a 80°C.

Cálculos:

PM

K = 39,100

Cl = 35,457

$74,557 \text{ g/litro} = 1 \text{ equivalente/litro} \therefore 0,0746 =$

1 me/litro.

PM

$$\text{Na} = 22,991$$

$$\text{Cl} = \underline{35,457}$$

$$58,448 \text{ g/litro} = 1 \text{ equivalente/litro} \quad \therefore \quad 0,0585 \text{ g/l} = 1 \text{ me/litro.}$$

Preparo dos padrões de 0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 me/litro, a partir do padrão concentrado de 1,0 me/litro:

Padrão de 0,1 me/litro de K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$500 \times 0,1 = V' \times 1,0$$

$$V = 500 \text{ ml}$$

$$V' = 500 \times 0,1 = 50 \text{ ml}$$

$$N = 0,1 \text{ me/l}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 1,0 \text{ me/l}$$

Diluir 50 ml do padrão 1,0 me/l a 500 ml para obter o padrão 0,1 me/litro de K e Na.

Padrão de 0,2 me/litro de K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$500 \times 0,2 = V' \times 1,0$$

$$V = 500 \text{ ml}$$

$$V' = 500 \times 0,2 = 100 \text{ ml}$$

$$N = 0,2 \text{ me/l}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 1,0 \text{ me/l}$$

Diluir 100 ml do padrão 1,0 me/l a 500 ml para obter o padrão 0,2 me/litro de K e Na.

Padrão de 0,3 me/litro de K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$500 \times 0,3 = V' \times 1,0$$

$$V = 500 \text{ ml}$$

$$V' = 500 \times 0,3 = 150 \text{ ml}$$

$$N = 0,3 \text{ me/l}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 1,0 \text{ me/l}$$

Diluir 150 ml do padrão de 1,0 me/l a 500 ml para obter o padrão 0,3 me/litro de K e Na.

Padrão de 0,4 me/litro de K e Na - para o preparo de 500 ml:

$$500 \times 0,4 = V' \times 1,0$$

$$V = 500 \text{ ml}$$

$$V' = 500 \times 0,4 = 200 \text{ ml}$$

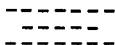
$$N = 0,4 \text{ me/l}$$

$$V' = ?$$

$$N' = 1,0 \text{ me/l}$$

Diluir 200 ml do padrão de 1,0 me/l a 500 ml para obter o padrão 0,4 me/litro de K e Na.

Nota: Elaborar tabelas com as leituras desses padrões. Antes da leitura das amostras aferir o galvanômetro no zero com água destilada e no centro da escala com o padrão de 0,2 me/litro de K e Na.



D a d o s A d i c i o n a i s

6. Determinação do Hidrogênio + Alumínio trocáveis

- a) Medir 5 ml de TFSA (ou 5 g, se a análise for para Levantamento).
- b) Passar para erlenmeyer de 125 ml e juntar 75 ml de CaOAc N/l pH 7,1 - 7,2
- c) Arrolhar imediatamente. Agitar algumas vezes durante o dia e deixar decantar por uma noite (não esquecer de desmanchar o montículo de terra que se forma no centro do erlenmeyer).
- d) No dia seguinte pipetar, em trompa de vácuo, 25 ml do líquido sobrenadante, passando-os para becher de 100 ml.

e) Titular com NaOH 0,025 N, usando fenolftaleína a 1% como indicador (3 gotas). A titulação está completa quando o líquido, antes incolor, apresenta uma cor rósea que deve ser comparada com a cor obtida na titulação do ensaio em branco.

Nota: Não esquecer de deixar o ensaio em branco também de um dia para o outro.

Cálculo:

$(L - L_b) \times 1,65 = me/100 \text{ ml de } H^+ + Al^{+++}$ (Ou me/100g, se a amostra foi tomada por peso).

L = leitura na bureta para a amostra

L_b = leitura na bureta para o ensaio em branco

1,65 = fator de correção (constante)

Preparo dos reagentes

Solução extratora: acetato de cálcio N/1, pH 7,1.

$(CH_3COO)_2 Ca \cdot H_2O$ PM = 176,188

Equivalente grama = $176,188 / 2 = 88,094 \text{ g}$

Solução N/1 = 88,1 g/litro

O pH geralmente é quase 8,0. Corrigir para pH 7,1 - 7,2 como ácido acético glacial, pingando gota a gota e agitando com bastão de vidro.

NaOH 0,025 N - O preparo está contido no item 4: reagentes para determinação do alumínio trocável.

Fenolftaleína a 1% - pesar 1,0 grama de fenolftaleína e dissolver em 100 ml de álcool absoluto.

Como os álcoois em sua maioria são acidificados, deve-se colocar na solução preparada algumas gotas de NaOH 0,1 N. Se passar, isto é, se aparecer r \ddot{o} seo, colocam-se gotas de HCl 0,1 N até ficar novamente incolor.

NaOH 0,1 N - O preparo est \acute{a} contido no item 4: reagentes para determina \tilde{c} o do alum \acute{n} io troc \acute{a} vel.

HCl 0,1 N - Para o preparo de 1 litro:

$$\text{HCl 1 N} = 36,46 \text{ g/litro} \quad \text{PM} = 36,46$$

$$\text{HCl 0,1 N} = 3,646 \text{ g/litro} \quad d = 1,19$$

$$\text{Corre \tilde{c} o para a densidade:} \quad T = 37\%$$

$$1 \text{ ml} = 1,19 \text{ g}$$

$$x \text{ ml} = 3,646 \text{ g}$$

$$X = \frac{3,646}{1,19} = 3,0638 \text{ ml}$$

Corre \tilde{c} o para o t \acute{i} tulo:

$$3,0638 \text{ ml} = 100\%$$

$$x \text{ ml} = 37\%$$

$$x = \frac{3,0638 \times 100}{37} = 8,2805 \approx 8,3 \text{ ml/litro}$$

Tomar 8,3 ml de HCl, passar para bal \ddot{a} o de 1 litro e completar o volume.

7. Determina \tilde{c} o do c \acute{a} lcio troc \acute{a} vel

Pipetar uma al \acute{i} quota de 25 ml do extrato de solo obtido para ataque de 10 ml de TFSA com 100 ml de solu \tilde{c} o de KCl N/1.

Adicionar 3 ml de KOH a 10% e uma pitada (\pm 50 mg) de murexida, ficando a solu \tilde{c} o com uma cor r \ddot{o} sea. Titular com EDTA (sal diss \ddot{o} dico) 0,025 N. Viragem do r \ddot{o} seo para o violeta.

Nota: Como a viragem é difícil de ver, no final da titulação adicionar o EDTA de duas em duas gotas, até estabilização da cor. A leitura na bureta corresponde ao teor de Ca^{++} , em me/100 ml.

Preparo dos reagentes

KOH a 10% - tomar 100 g de KOH, passar para balão de 1 litro e completar o volume.

Murexida - pesar exatamente 100 mg de purpurato de amônio (murexida) e 20,0 g de K_2SO_4 . Passar para um gral e triturar bem, até o total desaparecimento dos cristais de K_2SO_4 . Guardar em frasco escuro, bem fechado.

EDTA 0,025 N - O preparo está contido no item 3: reagentes para determinação de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$

8. Determinação do magnésio trocável

O Mg é obtido por subtração, a partir dos dados:

$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ (item 3) e Ca^{++} (item 7):

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

9. Soma de bases trocáveis (Valor S)

$S = \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^+ + \text{Na}^+$ — o resultado é dado em me/100 ml (uma decimal).

10. Capacidade de troca de cations (Valor T)

$T = S + \text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$ — o resultado é dado em me/100 ml (uma decimal).

11. Índice da saturação de bases (Valor V)

$$V = \frac{100 S}{T} \text{ — o resultado é dado em percentagem (nº inteiro).}$$

12. Índice de saturação de alumínio trocável

$$\text{Saturação de Al}^{+++} = \frac{100 \text{ Al}^{+++}}{\text{Al}^{+++} + S} \text{ — o resultado é dado em percentagem (nº inteiro).}$$

ANÁLISE DE CALCÁRIOS

O laboratório fornece os seguintes dados:

1. Percentagem de CaCO_3 (ou CaO)
2. Percentagem de MgCO_3 (ou MgO)
3. Percentagem de resíduo insolúvel
4. Granulometria
5. Poder relativo de neutralização total (PRNT)
6. Interpretação dos resultados

Se a amostra for constituída por fragmento de rocha, fica excluída a possibilidade de determinar granulometria e, em consequência, o PRNT.

MÉTODOS DE ANÁLISE

1 e 2. Determinação do Ca^{++} + Mg^{++}

1º. Teste para identificação do material, antes de ser aceito para análise:

- a) Sobre um pedaço limpo da rocha, colocar 1 gota de HCl concentrado. Efervescência denota presença de calcário.
- b) Se o material já veio finamente triturado, tomar pequena quantidade em um vidro de relógio, umedecer ligeiramente e colocar 1 a 2 gotas de HCl concentrado. Efervescência denota presença de calcário.

2º. a) Retirar um fragmento da rocha (limpo), colocar em gral e triturar o mais finamente possível.

b) Se o calcário já veio triturado, ainda assim levar pequena quantidade a um gral e triturar até pulverização completa.

3º. Pesar exatamente 1,000 g do material obtido.

4º. Passar para becher de 300 ou 400 ml, adicionar 10 ml de água destilada e 3 ml de HCl concentrado. Aquecer, para acelerar a reação do calcário com HCl.

5º. Esfriar, passar para balão de 1 litro, lavando cuidadosamente o becher, o funil e o gargalo do balão, fazendo com que as águas de lavagem caiam no interior deste, completar o volume e homogeneizar bem.

6º. Tomar, em erlenmeyer de 125 ml:

10 ml do extrato

30 ml de água destilada

4 ml de coquetel (tampão, cianeto de potássio e trietanolamina).

4 gotas de Eriochrome Black-T

Titular com EDTA (sal dissódico) 0,02 N. Viragem do róseo para azul puro. Anotar o nº de ml gastos na titulação.

Determinação do Ca^{++} — em erlenmeyer de 125 ml, tomar:

10 ml do extrato

30 ml de água destilada

3 ml de KOH a 10%

1 pitada de murexida (\pm 50 mg)

Titular com o mesmo EDTA 0,02 N. Viragem do róseo para o violeta. Anotar o número de mililitros gastos na titulação.

Nota: Viragem difícil de ver. Sabe-se o ponto exato quando, ao se colocar mais 2 gotas, não ocorrer alteração da cor.

Determinação do Mg^{++}

Não é determinado diretamente:

$$Mg^{++} = (Ca^{++} + Mg^{++}) - Ca^{++}$$

Preparo dos reagentes

Coquetel, KOH a 10%, Murexida e Eriochrome Black-T — O preparo está contido nos itens 3 e 7 do capítulo sobre análise de solos.

EDTA 0,02 N — Partindo do sal dissódico:

$$1 \text{ mol} = 372,252 \text{ g}$$

$$\text{Solução } 1 \text{ N} = \frac{372,252}{2} = 186,126 \text{ g/litro}$$

$$\text{Solução } 1 \text{ N} = 186,126 \text{ g/litro}$$

$$\text{Solução } 0,02 \text{ N} = x$$

$$x = 186,126 \times 0,02 = 3,72252 \text{ g/litro}$$

Com a pureza de 99%:

$$\frac{3,72252 \times 100}{99} = 3,760 \text{ g/litro}$$

Tomar 3,760 g de EDTA, passar para balão de 1 litro e completar o volume.

Checar o título, usando 2 ml de uma solução de $CaCO_3$ 0,05 M (= 0,1 N) cujo preparo está contido no item 3 do capítulo sobre análise de solos.

Procedimento — Em erlenmeyer de 125 ml, colocar:

2 ml de solução de $CaCO_3$ 0,05 M

4 ml de coquetel (tampão, KCN, trietanolamina)

4 gotas de Eriochrome Black-T.

A titulação deve consumir mais; vai-se acrescentando pitadas de EDTA, até acertar o título.

Cálculos relativos ao calcário — Supondo que o resultado das titulações seja:

$$\text{Ca} + \text{Mg} = 9,4 \text{ ml}$$

$$\text{Ca} = 5,0 \text{ ml}$$

$$\text{Mg} = 4,4 \text{ ml}$$

Para o cálculo da percentagem de carbonatos ou óxidos, usar a fórmula:

$$\% = \frac{\text{PM} \times \text{L}}{10}, \text{ onde: PM} = \text{peso molecular do carbonato (ou óxido)}$$

L = volume (ml) gasto na titulação correspondente.

Assim, no exemplo citado os cálculos seriam:

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{100 \times 5,0}{10} = 50\%$$

$$\% \text{MgCO}_3 = \frac{84 \times 4,4}{10} \approx 37\%$$

$$\% \text{CaO} = \frac{56 \times 5,0}{10} = 28\%$$

$$\% \text{MgO} = \frac{40 \times 4,4}{10} \approx 18\%$$

Resíduo insolúvel e não dosado — Corresponde à diferença entre 100% e o teor de carbonatos. No caso acima, $100 - (50 + 37) = 13\%$.

É usual dar-se o resultado em percentagem de carbonatos, para evitar confusões. Só se dá o resultado em percentagem de óxidos quando o interessado o pede.

4. Determinação da granulometria (eficiência relativa)

Peneira-se uma amostra de 100 gramas do calcário, para determinar a distribuição percentual dos seguintes tamanhos de grânulos:

<u>malhas/polegada</u>	<u>% de atividade 1/</u>
8 ou maior	0
8 - 20	20
20 - 60	60
60 ou menor	100

1/ Quantidade que reage com o solo dentro de 3 anos.

5. Cálculo do poder relativo de neutralização total (PRNT)

$$\text{PRNT} = [(8-20 \text{ m/p} \times 0,2) + (20-60 \text{ m/p} \times 0,6) + (\text{menor que } 60 \text{ m/p} \times 1,0)] \times \text{eq. de CaCO}_3$$

$$\text{Eq. CaCO}_3 = 50\% + (37\% \times 1,19) = 50 + 44 = 94\%$$

Supondo que esse mesmo calcário apresentou os seguintes dados granulométricos:

8 malhas/polegada ou	2%
8-20	5%
20-60	30%
60 ou menor	63%

$$\text{PRNT} = (2 \times 0,0) + (5 \times 0,2) + (30 \times 0,6) + (63 \times 1,0) \times 0,94 \approx 77$$

Então, para cada tonelada de calcário recomendada é necessário aplicar $\frac{1}{0,77} = 1,3$ tonelada desse calcário.

BIBLIOGRAFIA

- International Soil Testing. 1966. Annual Report. Contract AID/csd-287. North Carolina University at Raleigh.
- Jackson, M.L. 1964. Análisis químico de suelos. Ediciones Omega S/A, Barcelona.
- Malavolta, E. 1967. Manual de Química Agrícola. São Paulo, Ceres Ltda.
- Meyer, T.A. & Volk, G.M. 1952. The effect of particle size of limestone on soil reaction, exchangeable cations and plant growth. Soil Sci. 73:37-52.
- Methods of soil analysis. Vol. 1-2. Amer. Soc. of Agron., Madison, Wisconsin.
- Pearson, R.W. & Adams, F. 1967. Soil acidity and liming. Agronomy 12. Amer. Soc. of Agron., Madison, Wisconsin.
- Pierre, W.H., Pohlman, G.G. & McIlvaine, T.C. 1932. Soluble aluminum studies: I. The concentration of aluminum in the displaced soil solution of naturally acid soils. Soil Sci. 34:145-160.
- Vettori, L. 1969. Métodos de análises de solo. Rio de Janeiro, Bol. Téc. nº 7, E.P.E. - M.A.
- Volkweiss, S.J. & Ludwick, A.E. 1969. Escolha do corretivo da acidez do solo. Folheto nº 2. Fac. Agron. Vet. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- Bloise, R.M. et alii. 1973. Calcário - Método da Análise Química e suas relações com a Agricultura. São Luiz. Secretaria da Agricultura. Departamento de Pesquisa e Experimentação.