



**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DO PARÁ
SERVIÇO DE DOCUMENTAÇÃO E INFORMAÇÃO**

ISSN 0100-9923

FCAP. INFORME DIDÁTICO

11

ANÁLISE QUÍMICA DE SOLOS

SILVA, Sérgio Brazão e
Eng^o Agr^o, Técnico do Lab. de Solos da FCAP

**Belém
1991**

**FINALIDADE DAS SÉRIES : FCAP. INFORME TÉCNICO
FCAP. INFORME DIDÁTICO
FCAP. INFORME EXTENSÃO**

Divulgar informações sob as formas de :

- a) Resultados de trabalhos de natureza técnica realizados na região.
- b) Trabalhos de caráter didático, principalmente os relacionados ao ensino das ciências agrárias.
- c) Trabalhos de caráter técnico direcionados à comunidade e relacionados ao desenvolvimento regional.

NORMAS GERAIS :

- A normalização dos trabalhos segue as normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas — ABNT;
- O título deve ser representativo e claro;
- Partes essenciais do trabalho : resumo
introdução
corpo do trabalho
conclusão
referências bibliográficas
- O resumo deverá ser traduzido para um idioma de difusão internacional, de preferência o inglês.
- As referências bibliográficas deverão seguir a norma NB-66 da ABNT.

ANÁLISE QUÍMICA DE SOLOS

SILVA, Sérgio Brazão e
Engº Agrº, Técnico do Lab. de Solos da FCAP

Belém
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DO PARÁ
SERVIÇO DE DOCUMENTAÇÃO E INFORMAÇÃO

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

MINISTRO:

José Goldemberg

FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DO PARÁ

DIRETOR:

José Fernando Lucas de Oliveira

VICE-DIRETOR:

Fernando Antonio Souza Bemergui

COMISSÃO EDITORIAL:

Paulo César Tadeu Carneiro dos Santos

Lúcio Salgado Vieira

José Maria de Albuquerque

José Maria Hesketh Condurú Neto

Marly Maklouf dos Santos Sampaio

ENDEREÇO:

Caixa Postal, 917

CEP: 66.050 - Belém - Pará - Brasil

SILVA, Sérgio Brazão e. Análise química de solos. Belém, FCAP. Serviço de Documentação e Informação, 1991. 41 p. (FCAP. Informe Didático, 11)

CDD - 631.41

CDU - 631.42

FCAP: Informe Didático, 11

Apresentação

Este trabalho tem como objetivo oferecer aos estudiosos da Ciência do Solo, um manual, de rápido acesso, afim de eximir dúvidas acerca de determinações analíticas em solos amazônicos. Procurou-se incluir nos capítulos um embasamento superficial acerca do fundamento químico-analítico de cada método, evitando-se publicar apenas a "receita" dos métodos empregados. Para um aprofundamento o aluno deverá procurar a ajuda de livros de química analítica geral. Tentamos mostrar uma sequência de trabalho iniciando com a amostragem e naturalmente encerrando com uma interpretação sobre os dados, lembrando ao aluno que o uso dos dados interpretados deverá obedecer a todos os fatores que influenciem o ambiente onde será feito o manejo. Este trabalho também tem o objetivo de descrever os métodos empregados pelo laboratório de Solos da Faculdade de Ciências Agrárias do Pará, além de fornecer aos alunos e usuários um guia para consulta no interior do mesmo. Os métodos descritos são empregados nacional e internacionalmente as vezes com pequenas adaptações visando-os enquadrá-los em nossa situação de solo.

o Autor

SUMÁRIO

1 -	INTRODUÇÃO	7
2 -	AMOSTRAGEM DE SOLO	8
2.1 -	AMOSTRAGEM PARA ANÁLISE DE FERTILIDADE	8
2.2 -	AMOSTRAGEM DE PERFIS DE SOLO	10
2.3 -	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA	10
3 -	CUIDADOS NO LABORATÓRIO	10
3.1 -	PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES	11
4 -	MÉTODOS QUÍMICOS	11
4.1 -	VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO	11
4.1.1 -	Determinação do cálcio e magnésio trocáveis	13
4.1.2 -	Determinação do cálcio trocável	14
4.1.3 -	Preparação de soluções	14
4.1.4 -	Determinação do Al_2O_3	15
4.1.5 -	Preparação de soluções	16
4.2 -	VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO	16
4.2.1 -	Determinação do alumínio trocável	17
4.2.2 -	Determinação da acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$)	17
4.2.3 -	Preparação de soluções	17
4.2.4 -	Determinação do nitrogênio total	18
4.2.5 -	Preparação de soluções	19
4.3 -	VOLUMETRIA DE OXI-REDUÇÃO	19
4.3.1 -	Determinação do carbono orgânico	19
4.3.2 -	Preparação de soluções	20
4.3.3 -	Determinação de Fe_2O_3	20
4.3.4 -	Preparação de soluções	21
5 -	MÉTODOS ELETROANALÍTICOS	21
5.1 -	POTENCIOMETRIA	21
5.1.1 -	Determinação do pH em água	22
5.1.2 -	Determinação do pH em KCl	23
5.1.3 -	Preparação de soluções	23
5.2 -	CONDUTOMETRIA	23
5.2.1 -	Determinação da condutividade elétrica no sobrenadante da solução solo: água (1:2)	23
5.2.2 -	Determinação da condutividade elétrica no extrato de saturação	24
6 -	MÉTODOS ESPECTROANALÍTICOS	24
6.1 -	ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO OU COLORIMETRIA	24
6.1.1 -	Determinação do fósforo disponível	27
6.1.1.1 -	Método analítico	28
6.1.2 -	Preparação de soluções	28
6.1.3 -	Determinação do SiO_2	29
6.1.4 -	Preparação de soluções	29
6.2 -	FOTOMETRIA DE CHAMA	30
6.2.1 -	Determinação de potássio e sódio trocáveis	31
6.2.2 -	Preparação de soluções	32
6.3 -	ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA	32
7 -	APÊNDICES	34
7.1 -	ÍNDICES EMPREGADOS	34
7.2 -	INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE	35
8 -	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	39

ANÁLISE QUÍMICA DE SOLOS

SILVA, Sérgio Brazão e

Eng^o Agr^o, Técnico do Lab. de Solos da FCAP

RESUMO: São relatados os métodos de análise química de solos empregados no laboratório de solos da FCAP. Tais métodos são descritos acompanhados de explicação concernente ao seu funcionamento, juntamente com descrição detalhada da preparação das soluções utilizadas em cada capítulo. Os métodos foram divididos em função de sua base analítica: métodos químicos, métodos eletroanalíticos e métodos espectroanalíticos. Ao final demonstram-se os índices geralmente exigidos em análises de solos e um capítulo com breve noção de interpretação da análise.

1 - INTRODUÇÃO

A análise de solo tem como objetivo servir de base para informações que propiciem um uso correto e econômico dos fertilizantes, em um racional aproveitamento da terra. Na classificação e na interpretação da gênese do solo, a análise é instrumento fundamental assim como para uso em levantamentos nutricionais de áreas a serem ocupadas.

As análises comumente utilizadas para a caracterização dos solos são: análise granulométrica, que possui grande importância na classificação textural; pH, que proporciona o conhecimento da reação do solo; Carbono Orgânico, que fornece o teor de matéria orgânica na amostra; os valores de S e T que auxiliam na compreensão dos intercâmbios catiônicos e aniônicos; Ki e Kr que são índices que indicam o estado de intemperização obtidos através dos resultados do complexo de laterização e que são de extrema importância para a classificação dos solos; e também cálcio, magnésio, sódio, potássio, nitrogênio, fósforo e outros elementos que auxiliam a interpretação e caracterização dos solos para sua posterior classificação ou cálculo de adubação, no caso de a análise ter sido requerida por produtores.

Comumente também é realizada a análise sob pedido de produtores rurais, visando o melhor aproveitamento de suas terras. Os resultados deverão ser interpretados por um especialista em solos, que recomendará a adubação adequada às culturas indicadas pelo usuário das terras em função dos resultados obtidos e da situação da fazenda de cada um. Tais recomendações deverão ser feitas após o enquadramento dos resultados das análises em tabelas de adubação feitas baseadas em pesquisa experimental a partir das exigências nutricionais de cada cultura. Caberá ao agrônomo após conhecimento da área a explorar, recomendar também o melhor manejo para solo bem como indicar a fórmula de adubação, o tipo de adubo e a sua aplicação.

2 - AMOSTRAGEM DE SOLO

2.1 - AMOSTRAGEM PARA ANÁLISE DE FERTILIDADE

Quando necessita-se de informações químicas ou físicas a cerca de um solo, o procedimento natural é o de realizar um estudo sobre ele. Como, entretanto, não é possível analisar todo o solo da propriedade, deve-se fazer amostragens seguindo cuidados indispensáveis para que as pequenas porções de terras retiradas representem a propriedade, tornando-se assim, uma amostra representativa, ou seja, aquela que reflete as condições de fertilidade de acordo com a área do terreno e a profundidade do perfil. Para realizar a amostragem para análise de fertilidade devem ser utilizados plásticos, etiquetas de papelão, pá cortante ou trado, podendo ser usado também enxadão, pá de jardineiro, etc.. Deverá também ser utilizado um balde onde será feita a mistura das amostras simples para formar as amostras médias que serão enviadas ao laboratório.

No momento da amostragem deverá ser feita uma limpeza da parte superficial do solo retirando as folhas, galhos e pedras porventura existentes, após o que será retirada, da parte superficial com uma pá cortante ou pá comum (no caso de se usar esse instrumento) até a profundidade de 20cm a amostra simples, a ser convertida com as demais amostragens da área homogênea, em amostra composta a ser analisada. Após ter retirada a terra com a pá, fazer uma divisão em três partes no material no sentido da pá desprezando os mais externos e aproveitando o do centro para composição da amostra média. No caso de usar um trado, penetrá-lo até a marca desejada e retirar a terra, com cuidado, no caso de se tirar em diversas profundidades, pois é comum cair terra de profundidade superior na amostra que esta vindo no trado quando se está amostrando profundidades inferiores, por isso sempre será desprezada a camada superior de terra que virá no trado. No caso do enxadão, proceder da mesma forma que se procede ao se usar a pá. As amostras simples deverão ser colocadas em baldes ou acumuladas em sacos plásticos para depois serem misturadas no balde para formar a amostra média.

A amostra média resultante da mistura das amostras simples deverá ser acondicionada em um saco plástico juntamente com uma etiqueta contendo o número da amostra, nome da propriedade e da unidade municipal e federal. A parte, fazer uma descrição da área onde foi feita a amostragem. Nesta descrição, que deverá constar o tipo de terra onde foi coletada a amostra, tipo de vegetação (mata, capoeira ou campo), cultura atual ou à ser feita, cultura anterior, informações acerca de adubações anteriores caso tenham existido, etc..

Antes de iniciar a amostragem, é importante lembrar, a mesma será de suma importância para que os resultados reflitam as condições reais de terra sendo os erros de amostragem muito mais responsáveis por variações nos resultados que o erro analítico. Sendo assim deve-se ter cuidado com as contaminações; por exemplo, se pretende-se dosar quantidade de ferro na amostra deve-se usar instrumentos de madeira para a coleta. Sempre após ter dividido a área em áreas homogêneas (em relação ao tipo de solo, declividade, vegetação, etc.), apanhar as amostras ao acaso, tendo o cuidado de evitar coletar próximo à residências, banheiros, depósitos, etc.; no momento de retirar as amostras simples deve-se ter o cuidado de sempre retirar volumes iguais para não ocorrerem tendências e sempre coletar em número suficiente cobrindo toda a área para que a amostra seja representativa da área. (Ver figura 1), (10, 13, 22, 26)

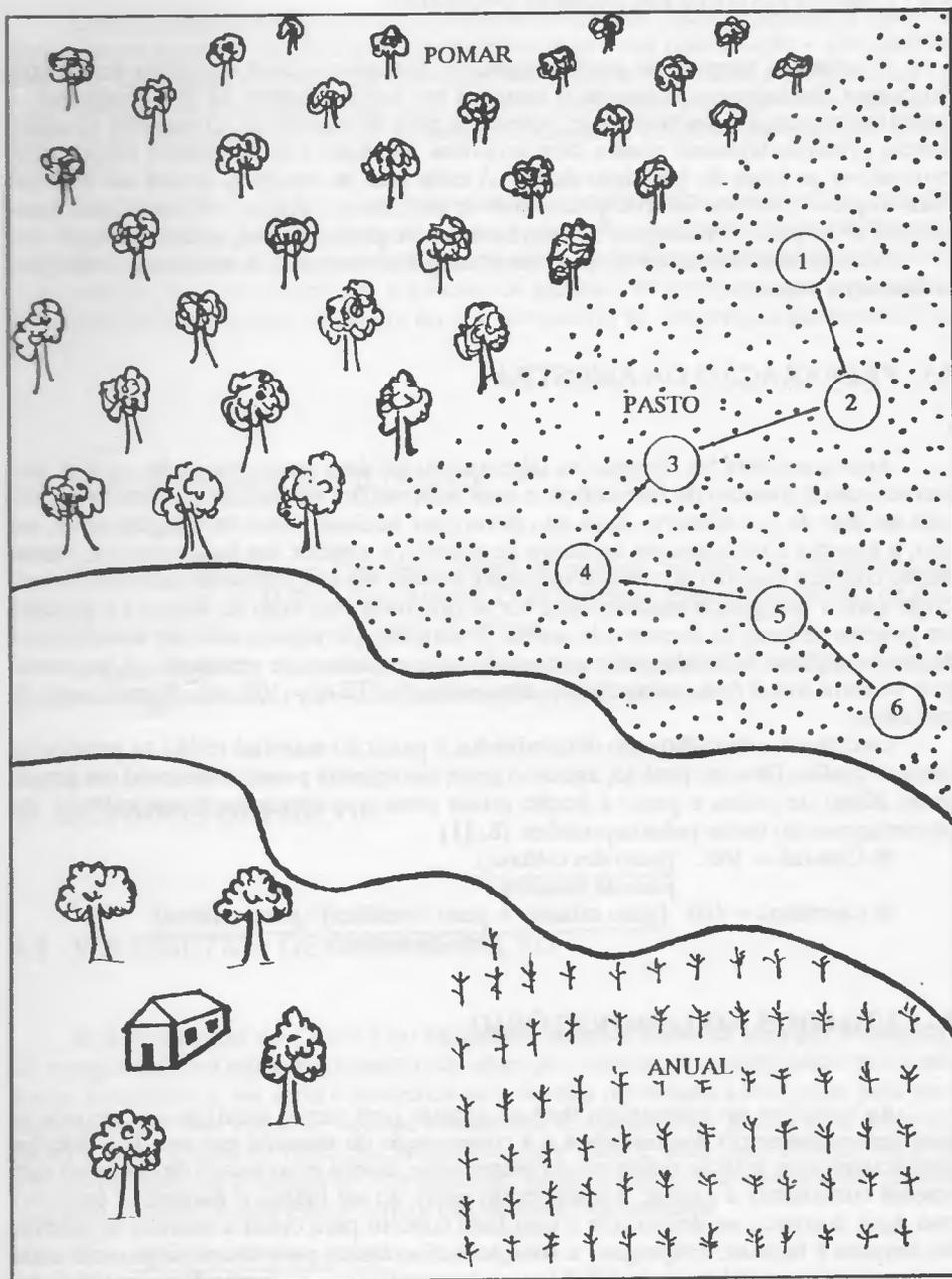


Figura 1 - Representação esquemática de propriedade rural com área heterogênea a serem realizadas várias amostras compostas.

2.2 - AMOSTRAGEM DE PERFIS DE SOLO

A coleta de amostra de perfil geralmente realiza-se após a descrição deste perfil no campo. Inicialmente acumular o material em sacos plásticos de 2kg começando a amostragem sempre dos horizontes inferiores para os superiores. O material coletado deverá preferencialmente conter características inerentes aos horizontes amostrados, evitando-se as áreas de transição destes. À cada saco de amostra, deverá ser inserido uma etiqueta contendo informações acerca do perfil como: projeto ou instituição; localização; nº do perfil; Município; Estado; horizonte e profundidade; coletor e data.

Por controle amarra-se ao saco outra etiqueta contendo as mesmas informações incluídas na outra.

2.3 - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

Após a amostra ter chegado ao laboratório, ela deve ser protocolada, ou seja, numerada com o número do laboratório e suas informações transcritas no livro de protocolo ao lado de seu número. Após isto deverá ser iniciada a fase da secagem ao ar, ou seja, a amostra é colocada em tabuleiro de madeira à sombra, em local ventilado juntamente com sua etiqueta por tempo suficiente até que ela não apresente umidade visível. Logo após a secagem, a amostra deve ser destorroada com rolo de madeira e passada em peneira de 2mm de abertura de malha. O material que passou deve ser acondicionado em saco plástico devidamente etiquetado com o número de protocolo. A percentagem de terra fina é dada pela seguinte expressão: $\% \text{ TFSA} = 100 - (\% \text{ de calhaus} + \% \text{ cascalhos})$

Os calhaus e cascalhos são determinados a partir do material retido na peneira de 2mm de malha. Deve-se pesá-lo, anotar o peso; em seguida passar o material em peneira de 20mm de malha e pesar a fração retida nesta que corresponde aos calhaus. As percentagens são dadas pelas expressões: (8, 11)

$$\% \text{ Calhaus} = 100 \cdot \frac{(\text{peso dos calhaus})}{\text{peso da amostra}}$$

$$\% \text{ Cascalhos} = 100 \cdot \frac{(\text{peso calhaus} + \text{peso cascalhos}) - \text{peso calhaus}}{\text{peso da amostra}}$$

3 - CUIDADOS NO LABORATÓRIO

Ao trabalhar no laboratório deve-se atentar para certos detalhes que afetarão o bom desenvolvimento dos trabalhos e à conservação do material em uso. Um detalhe significativo é em relação a limpeza da vidraria que deverá estar isento de materiais que possam contaminar a análise. De um modo geral, ao ser limpo, o material é banhado com água destilada ou deionizada e guardado coberto para evitar a entrada de poeira. Na limpeza é bastante empregada a solução sulfocrômica para retirar impurezas mais renitentes do material de mais difícil limpeza como buretas e pipetas. Em geral elas são colocadas dentro de provetas que contenham a referida solução e aí ficam em torno de 12 horas para após serem lavadas. Também com a mesma função mas de muito rápido efeito, pode-se empregar uma solução de Hidróxido de Potássio em meio Alcoólico.

Outro cuidado a ser tomado é com relação ao uso das balanças analíticas, que por serem muito sensíveis requerem tratamentos especiais para a sua conservação e sua perfeita pesagem. Devem ser mantidas em superfície plana, firme e nivelada. Nunca colocar os reagentes sobre o prato da balança e sim sobre recipientes de pesagem e nunca deixar o prato da balança após a pesagem com restos de reagentes ou de solos, bem como sobre a bancada.

Os reagentes devem ter o seu rótulo cuidadosamente lidos prestando-se atenção aos detalhes nocivos à saúde e seus antídotos, quando houverem. Ao preparar uma solução deve haver o cuidado de rotulá-la com todos os dados necessários como: nome, concentração, data de preparação e no caso de alunos o nº da equipe que a preparou. Se necessário use a capela exaustora do seu laboratório na preparação destas soluções (1, 27)

3.1 - PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES

Solução Sulfocrômica: Dissolver 400ml de solução saturada de dicromato de potássio em 1 litro de H_2SO_4 concentrado. Deve-se tomar cuidado em função de desenvolvimento de calor. Fazer em capela exaustora.

Solução de KOH em meio Alcoólico: Dissolver 100g de KOH em 50ml de água destilada completando a 1 litro com etanol após o resfriamento.

4 - MÉTODOS QUÍMICOS

4.1 - VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO

A determinação do Cálcio e do Magnésio em solos pode ser feita por volumetria de complexação ou espectrofotometria de absorção atômica. A determinação pelos métodos volumétricos em geral é procedida pela medida do volume exato gasto para uma solução reagir com outra de volume conhecido. A adição lenta gota a gota desta solução à outra chama-se titulação. A concentração desta é dada pela dedução de uma equação a partir da definição de Normalidade. Então o número de equivalentes gramas que uma solução contém em um litro é chamado de Normalidade.

$$N = \frac{n^{\circ} \text{Equivalentes} - \text{grama}}{V \text{ (em litro)}}$$

onde pode se escrever:

$$n^{\circ} \text{EG.} = V.N$$

No final da titulação o número de equivalentes grama de uma substância reagente será igual ao da outra substância pelo fato de que as reações químicas processam-se em igualdade de número de equivalentes. Então, no ponto de equivalência, que é o momento em que os números de equivalentes igualem-se, ocorre:

$$n^{\circ} \text{E.G.}_1 = n^{\circ} \text{E.G.}_2$$

ou

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

Esta última equação é conhecida como Equação Fundamental da Volumetria e com ela pode-se calcular a concentração da solução em estudo. Existem diversos tipos de volumetria de acordo com a reação ocorrida, assim teremos a volumetria de complexação, que envolve reações de formação de complexos e que é usada para determinar o Cálcio e o Magnésio; volumetria de neutralização, que envolve reações entre ácidos e bases e que é empregada para a determinação do Alumínio e da Acidez Potencial ($\text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$); volumetria de oxi-redução, que envolve reações de transferência de elétrons usada para determinar o Carbono Orgânico, e a volumetria de precipitação que envolve reações de formação de precipitados, a qual não é utilizada em nossa análise (1, 27).

Na volumetria de complexação empregaremos como agente quelante o sal dissódico derivado do ácido etilenodiaminatetraacético conhecido como $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ ou simplesmente EDTA. O EDTA ao entrar em contato com a solução reage com a grande maioria dos cátions metálicos existentes, sendo que para cada íon de EDTA reage um íon metálico. A equação geral da reação ficaria assim:



Onde o EDTA (ver figura 2) representado abaixo, recebe o metal, forma 2 ligações de coordenação com o metal (liberando hidrogênio ao meio) através de ligações feitas nas hidroxilas com o metal (ver figura 3).

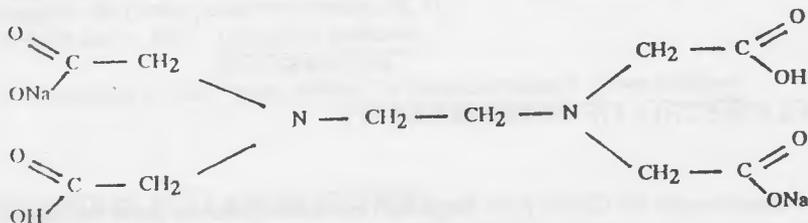


Figura 2 - $\text{Na}_2\text{-EDTA}$

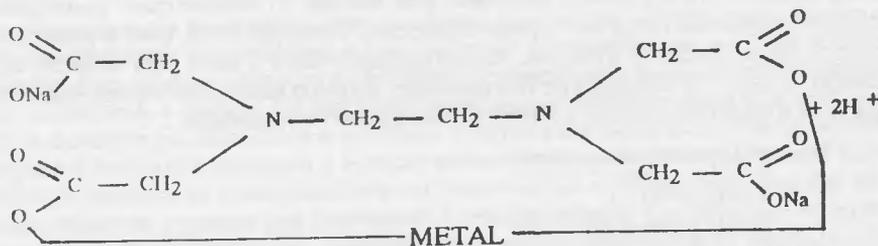


Figura 3 - Complexo de Coordenação do EDTA com metal na solução

O EDTA ao ser adicionado à solução-teste durante a titulação forma um complexo com os metais existentes na solução, sendo que somente a reação com os íons de Cálcio e Magnésio interessa no nosso caso, assim lançamos mão à ajuda de uma solução denominada de EMASCARANTE a qual evita a interferência dos outros íons deixando o cálcio e o magnésio liberados para a titulação. O ponto final da titulação é detectado através do uso do indicador metalocromico (que é um agente quelante) que proporciona uma coloração diferente à solução conforme esteja na forma de complexo ou não. De acordo com a fórmula geral da reação do EDTA com o metal, nota-se que para cada íon quelatado ocorre a liberação de íon H^+ para a solução; naturalmente a medida que a reação vai se processando aumenta a concentração de íons H^+ na solução e consequentemente seu pH decresce podendo ocasionar sérios danos à estabilidade do complexo formado. Para evitar esse fato deve ser adicionado à solução, antes da titulação, uma Solução-Tampão pH 10, a fim de manter o pH estável. Na prática esta solução é ministrada juntamente com a solução emascarante formando uma só solução que é denominada COQUETEL. O resultado obtido representa a concentração de $Ca^{++} + Mg^{++}$. Para obter o resultado isoladamente adicionamos uma solução de Hidróxido de Potássio a qual eleva o pH da solução à 12, na qual o Magnésio se insolubiliza, passando a precipitar, deixando o Cálcio para ser titulado. A quantidade de Magnésio será dada por diferença.

Como é utilizada a amostra de solo, a solução a titular será obtida através de um processo de extração denominada de extrato. O extrato é obtido através da ação de extratores químicos em contato com o solo que através de efeito de massa deslocam para a solução os íons adsorvidos à micela do solo. O extrator empregado na extração do Cálcio e Magnésio é o Cloreto de Potássio 1N (7, 10, 13).

4.1.1 - Determinação do cálcio e magnésio trocáveis

Colocar 10ml de T.F.S.A., em erlenmeyer de 250ml e adicionar 100ml de KCl N pH 7;

Agitar durante 30 minutos em agitador horizontal circular;

Retirar o erlenmeyer do agitador e deixar em repouso por uma noite;

Pipetar 25ml do extrato límpido sobrenadante e transferir para erlenmeyer de 125ml;

Adicionar 4ml do COQUETEL constituído de Cianeto de Potássio, Trietanolamina e Solução-Tampão pH 10 e 3 gotas ou uma pitada (de acordo com a forma a escolher) do indicador negro de eriocromo T (EBT);

Titular com solução 0,025N de EDTA (Sal dissódico) até a viragem de róseo para azul puro;

O teor de Ca^{++} e Mg^{++} existente na amostra é dado pela igualdade: ml de EDTA gastos na bureta = meq $Ca^{++} + Mg^{++}$ 100ml de T.F.S.A. (6)

Obs.: Às vezes ao colocar-se o indicador nota-se o aparecimento de uma coloração pardo-acinzentada ao invés da rósea, devido a interferência de Manganês. Neste caso então deve ser acrescentado 1/2 pitada de Ácido L-Ascórbico, titulando em seguida.

4.1.2 - Determinação do cálcio trocável

Pipetar 25ml do restante do líquido sobrenadante obtido na extração do cálcio + magnésio trocável e colocar em erlenmeyer de 125ml;

Adicionar 3ml de solução de KOH a 10% e uma pitada do indicador murexida;

Titular com EDTA 0,025N até viragem do róseo para roxo. Anotar o volume gasto na bureta;

O teor de Ca^{++} existente na amostra é dado pela igualdade: ml de EDTA gastos na bureta = meq $\text{Ca}^{++}/100\text{ml}$ de T.F.S.A.

O teor de Mg^{++} existente na amostra é obtido pela igualdade:

$(\text{meq } \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}) - (\text{meq } \text{Ca}^{++}) = \text{meq } \text{Mg}^{++}/100\text{ml}$ de T.F.S.A. (6)

4.1.3 - Preparação de soluções

Solução extratora KCl 1N pH 7: Dissolver 74,56g de KCl em água destilada e diluir a 1 litro.

Aferir o pH a 7 utilizando gotas de HCl ou KOH conforme a necessidade.

Indicador EBT (em forma pulverizada): Pesar 1g de EBT e misturar até homogeneização com 99g de NaCl anidro:

Indicador EBT (líquido): Dissolver 1g de EDTA em 100ml de Álcool Metílico. Conservar em vaso plástico.

COQUETEL: Para preparar 1 litro, colocar em proveta graduada:

600ml de Solução-Tampão

300ml de Trietanolamina

100ml de KCN 10%

KCN 10%: Pesar 100g de KCN, dissolver em água destilada e diluir para 1 litro em balão aferido.

Solução-Tampão pH 10: Para preparar um litro, colocar em proveta graduada:

67,5g de NH_4Cl em 200ml de água

600ml de Amônia concentrada

0,616g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

0,930g de EDTA - Na_2

Completar a 1 litro com água destilada

EDTA (solução estoque 0,05 M $f = 1$): Dissolver 18,8g em um litro de água destilada. Corrigir o título utilizando solução de CaCO_3 0,05 M, colocando em erlenmeyer de 125ml:

10ml de solução de CaCO_3 0,05 M

04ml de COQUETEL

30 gotas de água destilada

03 gotas ou uma pitada de EBT

A solução deve consumir exatamente 10ml de EDTA 0,05 M. Se consumir mais, ir acrescentando pitadas de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ até acertar o título.

CaCO₃ 0,05 M: Como o CaCO₃ é pouco solúvel em água destilada, para preparar a solução coloca-se 5g de CaCO₃ em becker de 400ml, umedece-se ligeiramente e em seguida coloca-se gota a gota HCl concentrado até não aparecer efervescência. Caso não se dissolva completamente levar ao fogo até dissolução total. Esfriar e completar o volume à 1 litro.

EDTA 0,025N: Tomar 250ml da solução 0,05 M de EDTA e diluir a 1 litro para se obter uma solução EDTA 0,025N

Indicador Murexida: Misturar intimamente em um gral de porcelana 0,5g de Murexida com 100g de K₂SO₄

Solução de KOH 10%: Pesar 100g de KOH e dissolver em cerca de 500ml de água destilada. Resfriar e completar a 1 litro.

4.1.4 - Determinação de Al₂O₃

Ataque Sulfúrico: Inicialmente deve-se realizar o Ataque Sulfúrico a fim de se obter o extrato para a análise:

Pesar 1g de T.F.S.A. e colocar em erlenmeyer de 500ml ou recipiente de teflon;

Adicionar 20ml de ácido sulfúrico diluído 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação;

Deixar esfriar, adicionar 50ml de água destilada e filtrar para balão aferido de 250ml, lavando o resíduo com água destilada até completar o volume;

Usar o filtrado para as determinações do ferro e do alumínio, e o resíduo que fica no papel para determinação da sílica.

Determinação do Al₂O₃ (Método);

Transferir para balão volumétrico de 100ml, exatamente 50ml do filtrado do ataque sulfúrico.

Juntar uma gota de Fenolftaleína e neutralizar com solução de NaOH a 40% até o aparecimento de coloração rósea. Juntar 3ml de excesso da solução de hidróxido de sódio após a viragem;

Colocar o balão em banho-maria e deixar em aquecimento durante meia hora;

Resfriar, completar o volume com água destilada e agitar até obter completa homogeneização da solução;

Filtrar através de papel de filtro e deste filtrado pipetar 25ml e passar para erlenmeyer de 250ml;

Neutralizar vagarosamente a soda em excesso com HCl 1:1 e redissolver o precipitado Al₂O₃ x H₂O que se forma tomando o cuidado de não juntar excesso superior a 2 gotas de ácido;

Adicionar 10ml de solução de Na-EDTA 0,05M para solos com até 20% de Al₂O₃, caso o teor seja elevado, juntar 15ml de Na₂-EDTA 0,05M (V₁);

Acrescentar 2ml da solução de Ditizona (indicador);

Titular com solução de ZnSO₄ 0,05M até o ponto final da titulação, caracterizado pela mudança de coloração verde-violeta para vermelha brilhante. Anotar o volume gasto (V₂).

O teor de Al₂O₃ na amostra será dado pela seguinte expressão:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 2,55 (V_1 - V_2), (5, 8, 12, 15, 23, 24).$$

4.1.5 - Preparação de soluções

Na₂-EDTA 0,05M: Secar o sal em estufa a 105°C durante 2 horas e resfriar em dessecador. Pesar 18,610g e dissolver em cerca de 500ml de água destilada. Completar o volume para um (1) litro.

Sulfato de Zinco 0,05M: Pesar 14,378g de ZnSO₄.7 H₂O, P.A., dissolver em cerca de 500ml de água destilada. Completar o volume a um (1) litro.

Solução-Tampão pH 4,62: Retirar exatamente 6ml de ácido Acético Glacial e diluir com 50ml de água destilada. Juntar 2 gotas de azul de bromotimol e titular com NH₂OH até o aparecimento de coloração verde-azulada ou azul-esverdeada.

Anotar o volume gasto. Depois colocar num balão aferido de um (1) litro 120g de ácido acético e juntar um volume de amônia concentrada, igual a 10 vezes o volume gasto na titulação anterior. Se necessário corrigir o pH com ácido ou base.

Ditizona 0,025%: Pesar 25mg do indicador e dissolver em 100ml de álcool etílico absoluto. A solução deve ser guardada em frasco de Polietileno, e mantido na geladeira.

Ácido Clorídrico 1:1: Misturar 500ml de KCl P. A. concentrado com 500 ml de água destilada.

Hidróxido de Sódio 40%: Pesar aproximadamente 400g de NaOH em lentilhas e dissolver em água destilada. Completar a um (1) litro.

Ácido Sulfúrico 1:1: Medir 500ml de H₂SO₄ concentrado $d = 1,84$ e colocar vagorosamente em becker de 2 litros contendo 500ml de água destilada, deixar esfriar e colocar em vidro próprio.

4.2 - VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO

A determinação da Acidez Potencial ($H^+ + Al^{+++}$) e do Alumínio Trocável (Al^{+++}) é realizada por Volumetria de Neutralização que, como o nome indica, trata-se de uma reação de neutralização entre um ácido e uma base onde, no caso, será obtido o extrato ácido contendo $H^+ + Al^{+++}$ a partir da extração com o extrator de Acetato de Cálcio 1N. A determinação de Alumínio Trocável pode ser feita a partir do extrato obtido da extração do Cálcio e Magnésio com o KCl 1N. O íon Alumínio hidratado, existente na forma de um complexo de coordenação (ver figura 4), onde o átomo central de Alumínio é unido ao oxigênio de seis (6) moléculas de água, através de ligações de coordenação e que pode perder Hidrogênios retirados de suas moléculas de água as quais viriam a causar acidez no meio em que se encontram, o que então justifica a determinação do Alumínio por Volumetria de neutralização (10).

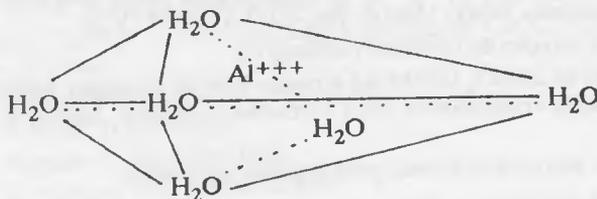


Figura 4 - Complexo de coordenação de Al^{+++}

O indicador, no caso um indicador de pH, será a Fenolftaleína, tanto para o extrato obtido da ação do acetato de cálcio como o obtido pela ação do KCl (Al^{+++}). Para titular emprega-se o NaOH com fator conhecido (1, 10, 27).

4.2.1 - Determinação do alumínio trocável

Pipetar 25ml do líquido sobrenadante obtido da extração do $Ca^{++} + Mg^{++}$ trocáveis e transferir para erlenmeyer de 125ml, ou proceder nova extração com o extrator de KCl 1N (vide Extração do $Ca^{++} + Mg^{++}$) caso deseje determinar somente o Al^{+++} ;

Adicionar 3 gotas do indicador fenolftaleína a 1% e titular com NaOH 0,025N, até viragem do incolor para levemente róseo. Anotar o volume gasto na bureta;

O teor de Alumínio trocável na amostra é dado pela igualdade: ml de NaOH 0,025N gastos na bureta = meq/ Al^{+++} /100ml de T.F.S.A (6, 10, 13).

4.2.2 - Determinação da acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$)

Medir 10ml de T.F.S.A. e colocar em erlenmeyer de 125ml. Em seguida adicionar 100ml de solução de Acetato de Cálcio 1N, pH 7;

Agitar por 30 minutos em agitador horizontal e deixar em repouso por uma noite;

Determinação: Pipetar 25ml do líquido sobrenadante obtido e colocar em erlenmeyer de 125ml;

Adicionar 3 gotas de fenolftaleína a 1% e titular com solução de NaOH 0,025N até mudança de incolor para levemente róseo. Anotar o volume gasto na bureta (La);

Acidez potencial expressa em meq de $H^+ + Al^{+++}$ existente na amostra é dado pela seguinte expressão (6, 10, 13):

$$(La - Lb) \cdot f_{NaOH} = meq H^+ + Al^{+++}/100ml \text{ de T.F.S.A.}$$

Sendo:

La: Leitura (ml) obtida na titulação da amostra

Lb: Leitura (ml) obtida na titulação da prova em branco.

f_{NaOH} : Fator obtido para correção da concentração de NaOH.

Prova em branco: Realizar todo o procedimento descrito para análise, sem entretanto utilizar solo, operação que deve ser repetida toda vez que for feita a análise da amostra.

4.2.3 - Preparação de soluções

Fenolftaleína 1%: Pesar 1g de fenolftaleína e completar a 100ml com Álcool metílico.

NaOH 1N: Pesar 40g de NaOH dissolver em água destilada, resfriar e completar o volume até um litro.

NaOH 0,025N: Pipetar 25ml de NaOH 1N e diluir a um litro. Aferir com solução 0,025N de biftalato de Potássio colocando 10ml desta em erlenmeyer de 125ml mais 3 gotas de fenolftaleína.

Titular com NaOH 0,025N e anotar o volume gasto. O fator será dado pela igualdade:

$$V_1 \cdot N_1 \cdot f_1 = V_2 \cdot N_2 \cdot f_2$$

$$10 \cdot 0,025 \cdot 1 = V_2 \cdot 0,025 \cdot f_{\text{NaOH}}$$

$$f_{\text{NaOH}} = \frac{10}{\text{volume gasto na bureta}}$$

Biftalato de Potássio 0,025N: Dissolver em um litro de água destilada 5,1055g de biftalato de Potássio.

Solução extratora Acetato de Cálcio 1N: Dissolver em um litro de água 88,1g de $(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Corrigir o pH à 7 com Ácido Acético ou com Hidróxido de Cálcio conforme a necessidade.

4.2.4 - Determinação do nitrogênio total

Pela digestão com ácido sulfúrico o nitrogênio contido na amostra de solo é convertido em amônio. A digestão se dá em presença de sais para aumentar a temperatura de ebulição do H_2SO_4 e de catalizadores para acelerar a oxidação da matéria orgânica. O amônio produzido é destilado em presença de Hidróxido de Sódio concentrado com o subsequente desprendimento de Amônio que entra em contato com uma solução de Ácido bórico, formando Tetraborato de Amônio, que por hidrólise libera Hidróxido de Amônio que é titulado por uma solução de H_2SO_4 0,01N.

Procedimento:

Pesar 0,5g de T.F.S.A. e colocar em tubo de digestão de 100ml;

Acondicionar 15ml da solução digestora e aquecer até a total destruição da matéria orgânica.

Transferir 10ml da solução para micro-destilador KJELDAHL;

Preparar a Recepção dos gases Amoniacais colocando 25ml de solução de Ácido Bórico a 4% em erlenmeyer de 125ml, adicionando 5 gotas de indicador misto a esta solução;

Colocar este erlenmeyer em contato com a saída do destilador, tendo o cuidado de manter a extremidade deste completamente imersa na solução;

Adicionar a solução digerida (à ser destilada) 2ml de NaOH a 30% e iniciar a destilação. Destilar pelo menos 5 minutos;

Levar o erlenmeyer com o material destilado após esfriar, para a bureta contendo H_2SO_4 0,02N de fator conhecido e proceder a titulação até a mudança da cor roxa para rósea;

A quantidade de N na amostra se dará pela seguinte expressão

$$\%N = V \times f \times 0,056,;$$

onde:

V = volume anotado no final da titulação

f = fator do ácido Sulfúrico (4, 7, 10, 13)

4.2.5 - Preparação de soluções

Solução digestosa: Pesar 180g de Na_2SO_4 e dissolver em aproximadamente um litro de água destilada contida em balão aferido de 2 litros;

Adicionar 18g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e em seguida, 600ml de H_2SO_4 concentrado, deixar esfriar e completar o volume.

Solução de NaOH a 30%: Pesar 300g de NaOH, dissolver em água destilada e completar o volume para um litro.

Indicador misto: Dissolver 0,1g de verde de bromocresol e 0,02g de vermelho de metila em álcool etílico a 95% e completar o volume para 100ml.

Ácido Sulfúrico 0,02N: Pipetar 0,50ml de H_2SO_4 P.A. e completar exatamente um litro de água destilada. Padronizar.

Ácido Bórico a 4%: Pesar 40g de ácido; dissolver em água destilada e completar o volume para um litro.

4.3 - VOLUMETRIA DE OXI-REDUÇÃO

A determinação do Carbono Orgânico utilizará volumetria de oxi-redução e baseia-se na ação oxidante do Dicromato de Potássio sobre a matéria orgânica do solo em presença de ácido sulfúrico durante a reação a quente, e titulação do excesso com Sulfato ferroso amoniacal. Comumente ocorre a liberação de íons de Fe^{+++} que viriam a colorir de amarelo a solução, e, para evitar esse inconveniente é adicionado o ácido Órto-fosfórico que forma um complexo incolor com Fe^{+++} através de seu íon PO_4^{---} . O ponto final é dado pela transformação ocorrida pelo indicador Difenilamina que oxida-se até o aparecimento de coloração verde-forte (7, 10, 13, 28).

4.3.1 - Determinação do carbono orgânico

Pesar 0,5g de T.F.S.A. e transferir para erlenmeyer de 250ml e adicionar 100ml de solução de Dicromato de Potássio 1N e rapidamente 10ml de Ácido Sulfúrico concentrado;

Deixar esfriar durante + 30 minutos e adicionar 3ml de ácido fosfórico P.A. e 50ml de água destilada. A seguir colocar 10 gotas do indicador difenilamina a 1%, agitar com o máximo de cuidado;

Titular lentamente com solução de sulfato ferroso 1N até obter coloração verde. Anotar o volume gasto na bureta (La).

Prova em branco: Proceder da mesma forma descrita acima, sem entretanto utilizar o solo. Anotar o resultado (Lb). Esta prova deverá ser feita toda vez que for efetuada a análise das amostras de solo.

Fator do FeSO_4 : Pipetar 10ml de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, para erlenmeyer de 125ml e titular com FeSO_4 até coloração verde. O fator será dado pela seguinte expressão (6)

$$f_{\text{FeSO}_4} = \frac{10}{\text{Volume lido na bureta}}$$

Cálculos: O teor de Carbono Orgânico será dado pela expressão:

$$C\% = \frac{(Lb - La) \cdot f_{FeSO_4} \cdot 0,3}{0,385}$$

Para amostras com teor muito alto de matéria orgânica, pesar menos quantidade de solo e utilizar a seguinte expressão:

$$C\% = \frac{(Lb - La) \cdot f_{FeSO_4} \cdot 0,3}{P \cdot 0,77}$$

O teor de matéria orgânica é obtido pela seguinte expressão:

$$\% M. O = \% C \times 1,72$$

4.3.2 - Preparação de soluções

Dicromato de Potássio 1N: Dissolver 49,04g de $K_2Cr_2O_4$ (secos em estufa à 120-130°C por 2 horas e resfriados em dessecador) em água destilada e completar à um litro:

Sulfato Ferroso 1N: Dissolver 280g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ em água destilada, adicionar 80ml de H_2SO_4 concentrado, esfriar e diluir para um litro.

Difenilamina à 1%: Dissolver 1g de Difenilamina em 100ml de ácido sulfúrico concentrado.

Ácido Fosfórico P.A.

Ácido Sulfúrico P.A.

4.3.3. Determinação do Fe_2O_3

Pipetar 50ml do extrato Sulfúrico proveniente do ataque sulfúrico (V.4.4) e transferir para erlenmeyer de 250ml de capacidade;

Juntar 20ml de Ácido Clorídrico 1:1 e 1 ml de solução saturada de Clorato de Potássio.

Aquecer à ebulição em chapa aquecedora. Retirar depois de aquecido e adicionar gota a gota solução de cloreto estanhoso até descoramento da solução. Em alguns casos a solução não se descora completamente, por isso deve-se observar com cuidado para não adicionar excesso superior a 2 gotas;

Junta 100ml de água destilada e em seguida 10ml de solução saturada de cloreto de mercúrio;

Agitar e tampar o frasco com rolha de borracha e deixar resfriar até temperatura ambiente. Para acelerar o resfriamento banhar o frasco com água gelada;

Adicionar 15ml de solução Fosfosulfúrica, 3 gotas de Difelinamina a 1% e titular imediatamente com solução 0,1N de Dicromato de Potássio até o ponto final visualizado pela mudança de coloração para violeta. Anotar o volume gasto;

O teor de Fe_2O_3 é dado pela seguinte expressão:

$$\% Fe_2O_3 = 1,996 \times V \quad (5, 8, 10, 12, 15, 23, 24)$$

4.3.4 - Preparação de soluções

Dicromato de Potássio 0,1N: Secar em estufa o sal P.A. à temperatura de $130^\circ C$, durante duas horas. Retirar o frasco da estufa, colocando-o dentro de um dessecador pelo período de uma hora. Pesar 5,807g do sal seco e dissolver em água destilada completando o volume a dois litros.

Difenilamina a 1%: Pesar 1g do sal dissolver em 100ml de H_2SO_4 . 98%.

Solução Fosfosulfúrica: Adicionar 150ml de H_2SO_4 concentrado e 150ml de H_3PO_4 concentrado à 600ml de água destilada. Esfriar a solução até a temperatura ambiente e completar o volume a um litro.

Solução de Cloreto Estanhoso: Pesar 130g do sal $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ e dissolver em 130ml de HCl concentrado e completar o volume a 1000ml. Introduzir na solução fragmentos de Estanho Metálico, com a finalidade de manter um meio redutor no interior da solução evitando oxidação do Sn^{++} .

Solução Saturada de Cloreto de Mercúrio: Colocar 50g do sal dentro de um frasco contendo um litro de água destilada. Agitar por diversas vezes e deixar em repouso durante duas horas para que possa ser utilizada.

Solução Saturada de Clorato de Potássio: Colocar 40g do sal dentro de um frasco contendo um litro de água destilada. Agitar várias vezes e deixar em repouso por um período de duas horas para utiliza-la.

Ácido Clorídrico 1:1. Adicionar em 500ml de água destilada 500ml de HCl concentrado. Deixar esfriar, transferir para recipiente próprio e rotular.

5 - MÉTODOS ELETROANALÍTICOS

5.1 - POTENCIOMETRIA

Na natureza é difícil encontrar-se a água quimicamente pura, mas mesmo esta possui algumas de suas moléculas dissociadas em íons hidrogênio (H^+) e íons hidroxila (OH^-). Este fato possibilitou através do uso de Leis da Química demonstrar que o produto das concentrações dos íons H^+ e OH^- , é uma constante, que ficou conhecida como constante de dissociação da água, variando o seu valor somente com a temperatura e sendo o seu valor a $25^\circ C$ de aproximadamente 10^{-14} . Como para cada íon H^+ formado surge também um íon hidroxila podemos concluir que o quadrado da concentração dos

ons hidrogênio é igual a 10^{-14} e consequentemente sua concentração é igual a 10^{-7} . Neste ponto diz-se que a solução é neutra, onde ons hidrogênio e hidroxila se equivalem. Geralmente na água encontram-se substâncias que após dissolverem-se são capazes de liberar ons hidrogênio ou ons hidroxila tornando a solução ácida ou básica respectivamente. À essa acidez, frequentemente é requerido o seu conhecimento, principalmente em função de uma série de características que é advinda à solução com o aumento ou diminuição dos ons H^+ , então, foi criada por SORENSEN, a representação empregada até hoje, através do uso do logaritmo negativo do on hidrogênio e denominando-o de pH. NERNST foi quem criou a base do método potenciométrico ao atentar que quando um metal é posto em contato com uma solução que contenha seus ons estabelece-se um potencial entre o eletrodo e a solução, que pode ser medido comparando-se com um eletrodo de referência (sendo muito empregado o eletrodo de calomelano saturado) e medindo-se a força eletromotriz do sistema resultante através de um voltímetro com sua escala aferida em valores de pH (10, 27).

Mas como o que determina a força eletromotriz de um sistema é a atividade do on e não a sua concentração o conceito original de SORENSEN em 1909 pode ser definido como $pH = -\log A_{H^+}$, sendo a atividade do on hidrogênio, que não obstante a incerteza de medidas precisas deste pela formação de potencial de junção líquida fornece valores bastante aproximados à atividade do on em questão (10).

Ao realizar a leitura em seu aparelho de pH ou pHmetro deverão ser adotados certos cuidados para que sua determinação seja coroada de êxito. O conjunto eletrodo-aparelho é bastante sensível devendo ser manuseado com cuidado para não ocorrerem danos a este. O eletrodo de vidro, que deverá ficar constantemente imerso em água destilada quando fora de uso, jamais deverá ter seu bulbo tocado com os dedos. Sempre o eletrodo deve ser calibrado com solução-tampão, usando para isto o controle de ajuste de tampão existente em seu aparelho, realizando também o ajuste de temperatura em função da temperatura da solução em estudo, com o auxílio de um termômetro. Deve ser adquirida familiaridade com as informações contidas no manual de instruções de seu aparelho, que contém os detalhes que variam de fabricante para fabricante.

Comumente certos laboratórios fazem a leitura do pH em solução de KCl pelo fato dos valores obtidos serem independentes da posição dos eletrodos e o potencial de junção não exercer influência, além de permitir a obtenção do pH (10, 27).

5.1.1 - Determinação do pH em água

Colocar 10ml de T.F.S.A. em um copinho plástico ou becker de 50ml e adicionar 25ml de água destilada ou deionizada com o auxílio de uma proveta ou recipiente;

Agitar com bastão de vidro, lavando-os ao passar de uma amostra para outra;

Deixar em repouso por 30 minutos aproximadamente;

Ligar o potenciômetro com antecedência mínima de 30 minutos, e proceder sua aferição com solução-tampão pH 4 e pH 7 após ter-se verificado sua temperatura e ajustado o aparelho de acordo com esta;

Decorridos os 30 minutos (no mínimo) de repouso da mistura solo + água, voltar agitar com bastão de vidro antes de mergulhar os eletrodos e proceder a leitura.

Obs.: Não haverá necessidade de que o eletrodo seja lavado entre uma e outra amostra, sendo indispensável esse cuidado antes e depois do aferimento com as soluções-tampão (6, 10, 13).

5.1.2 - Determinação do pH em KCl

Colocar 10ml de T.F.S.A. em copo plástico e adicionar 25ml de solução normal de Cloreto de Potássio (KCl N);

Proceder da mesma forma que para determinação do pH em água (6, 10, 13).

5.1.3 - Preparação de soluções

Solução-tampão pH 4,01 à 25°C: Dissolver 1,021g de hidrogenoftalato de Potássio (seco abaixo de 130°C) em água destilada e completar a 100ml. Substituir a solução entre 5-6 semanas de uso ou antes de aparecer fungo.

Solução-tampão pH 6,86 à 25°C: Dissolver 0,34g de KH_2PO_4 e 0,355g de NaHPO_4 (seco duas horas à 110-113°C) em água destilada e diluir a 100ml)

Solução de KCl 1N: Dissolver em água destilada 74,56g de KCl P.A. completando o volume a um litro.

5.2 - CONDUTOMETRIA

O método Condutométrico é empregado nas determinações da condutividade elétrica do solo, representando uma estimativa da Salinidade do solo. A condutividade de uma solução depende da quantidade de sais nela dissolvidos em seus íons, portanto, em um sistema onde existam eletródos fixos a variação da condutividade se dará em função da presença em maior ou menor quantidade dos íons dissolvidos na solução, em qualquer temperatura existente (a condutividade elétrica é incrementada pelo aumento da temperatura, existindo necessidade de se compensar temperaturas diferentes através de um padrão). Geralmente compensa-se diretamente nos aparelhos após a leitura das temperaturas das soluções feitas com termômetro de imersão.

O termo salinidade do solo é referente aos constituintes solúveis em água. No capítulo referente à interpretação da análise são apresentadas tabelas contendo informações acerca dos valores da salinidade na maioria dos solos (2, 13, 14, 20, 27).

5.2.1 - Determinação da condutividade elétrica no sobrenadante da solução solo: água (1:2)

Colocar 10ml de T.F.S.A. em becker de 50ml;

Adicionar 20ml de água destilada, misturar e esperar 30 minutos ou o tempo necessário para que os sólidos sedimentem;

Retirar o sobrenadante com pipetas, colocar na Célula Condutimétrica e realizar a leitura no condutímetro (2, 5, 11, 13, 20)

5.2.2 - Determinação da condutividade elétrica no extrato de saturação

Primeiramente colocar uma pequena quantidade de água destilada em becker de 50ml;

Adicionar ao becker 20ml de T.F.S.A. e colocar água destilada gradualmente enquanto agita-se com o auxílio de uma espátula. Considerar saturada assim que a pasta adquirir brilho sob reflexo da luz ambiente e quando a pasta escorregar livremente na espátula. Escoar o excesso, se houver.

Esperar uma hora ou mais, sem que nesse intervalo a amostra não endureça marcadamente ou perca o brilho. Deve-se manter os critérios da saturação. Para solo argiloso a água deverá ser agitada com um mínimo de agitação. Solos orgânicos necessitarão de uma noite de espera para se obter o ponto final de saturação de pasta.

Após a espera, filtrar, adicionar o extrato à célula condutimétrica e realizar a leitura (2, 5, 11, 13, 20).

6 - MÉTODOS ESPECTROANALÍTICOS

6.1 - ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO OU COLORIMETRIA

Imagine um recipiente transparente contendo uma solução colorida ao qual é incidida luz proveniente de uma fonte qualquer que é direcionada a atravessar a solução colorida. Certamente nem toda a luz conseguirá atravessá-la sendo portanto absorvida de acordo com a intensidade de coloração da solução e com o comprimento do trajeto percorrido pela luz nela. Este fenômeno foi estudado inicialmente por BOUGUER em 1729 e LAMBERT em 1768, que afirmaram que a fração da radiação absorvida por uma solução colorida era proporcional à espessura do meio absorvente; seguidamente, BEER e BERNARD, em 1852, demonstraram que a fração de radiação absorvida pelo meio era proporcional à concentração deste meio quando a distância percorrida pela radiação na solução era constante. Esses trabalhos se tornaram as bases do método espectrofotométrico e sua lei ficou conhecida como lei de Beer-Lambert ou lei de Lambert-Bouguer-Beer-Bernard ou ainda lei de Beer simplesmente (10, 27).

Naturalmente o método evoluiu, surgindo certos termos importantes para sua utilização, como a transmitância que se resume na relação entre a intensidade de luz emergente dando origem a expressão:

$$T = \frac{I}{I_0}$$

onde:

T = Transmitância

I_0 = Intensidade de luz incidente

I = Intensidade de luz emergente

Naturalmente a luz emergente só poderá ser no máximo igual a luz incidente ($I = I_0$) neste caso:

$$T = \frac{I}{I} = 1$$

Quando a luz é totalmente absorvida, ou seja, não há luz emergente ($I = 0$), a transmitância é igual a zero:

$$T = \frac{0}{I_0} = 0$$

Com isso nota-se que a transmitância varia entre 0 e 1. Alguns aparelhos expressam-na percentualmente ficando sua variação entre 0 e 100.

O logaritmo do inverso da transmitância é função linear direta da concentração e da espessura da solução. Seu nome é absorvância e sua representação gráfica é a seguinte (ver figura 5) (1, 27)

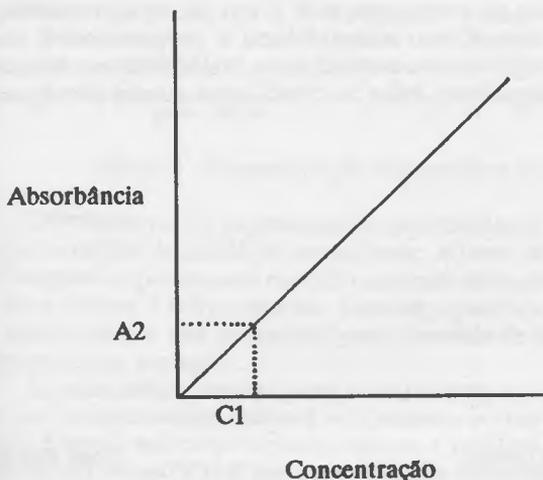


Figura 5 - Representação gráfica da absorvância

Se no lugar de Absorbância for utilizada a transmitância obtém-se uma curva exponencial como segue (ver figura 6):

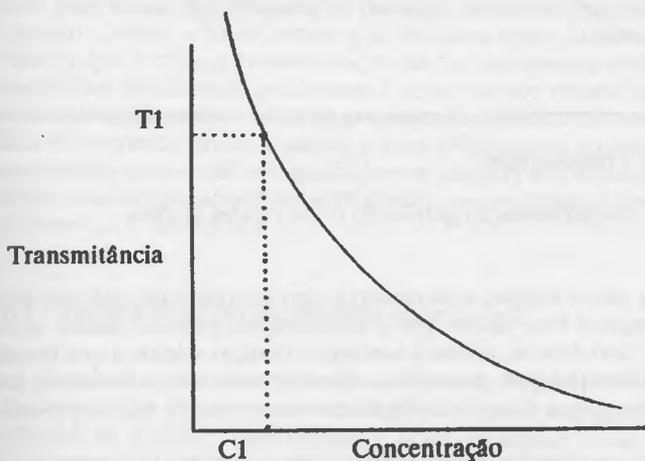


Figura 6 - Representação gráfica da transmitância

Dessa maneira torna-se simples a determinação da concentração de uma substância colorida qualquer. Primeiramente constrói-se um gráfico lendo-se as absorvâncias de soluções de concentrações conhecidas (soluções-padrão) e constrói-se o gráfico com a curva da absorvância, a partir daí então determina-se a absorvância da solução pesquisada e calcula-se a concentração por interpolação nesta curva. Alguns aparelhos realizam este cálculo mostrando a curva tela e dando o resultado em concentração (1, 13, 27).

A lei de Beer-Lambert deve ser empregada com o uso de luz aproximadamente monocromática e soluções diluídas. Como a absorvância é proporcional à concentração, a medida que a concentração cresce a absorvância também cresce linearmente até atingir um valor no qual a linearidade deixa de existir como mostra (ver figura 7) a seguir:

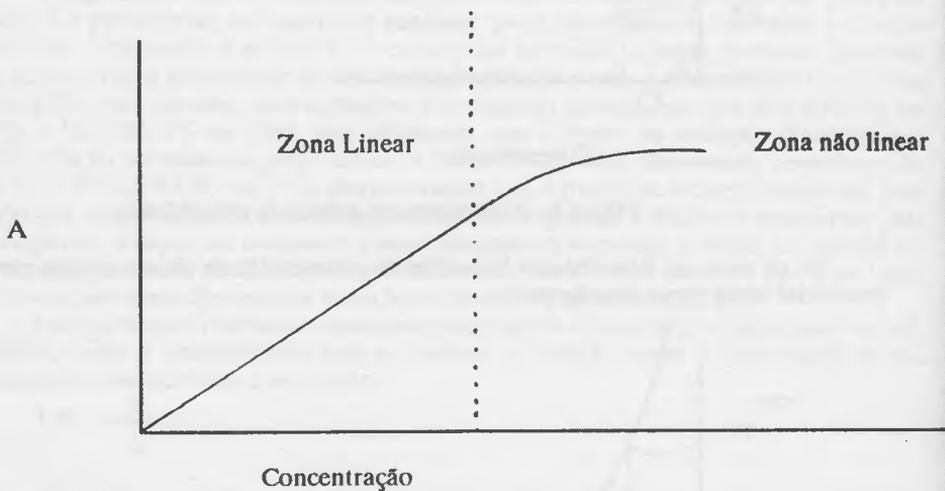


Figura 7 - Representação gráfica do desvio da lei de Beer

É comum aparecer numa análise uma amostra com concentração elevada na qual o valor de sua concentração é bem maior que o das soluções padrões usadas na construção do gráfico. Neste caso deve-se, diluir a amostra e realizar a leitura que deverá situar-se entre as dos padrões já feitos, evitando o risco de situar-se na zona não linear. Deve-se levar em consideração a diluição realizada no momento da realização dos cálculos.

Um colorímetro ou espectrofotômetro pode ser representado da forma que se encontra a seguir (ver figura 8):

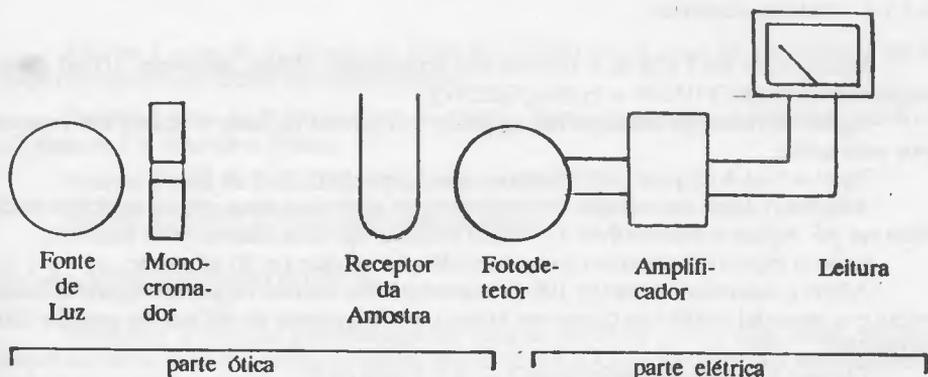


Figura 8 - Representação esquemática de um Espectrofotômetro

De acordo com a representação esquemática do espectrofotômetro, nota-se que o início do trajeto da luz dá-se na sua fonte. A fonte de luz mais empregada é a Lâmpada de Tungstênio que fornece energia luminosa abrangendo a faixa do visível e adjacências do ultra-violeta e infravermelho. Existem, aparelhos que operam unicamente na faixa do ultra-violeta e que possuem fontes especiais de radiação (Lâmpada de descarga de hidrogênio por exemplo).

Continuando a seguir o trajeto da luz nota-se a seguir a presença do monocromador. Ao monocromador (monos = 1; cromos = cor) cabe a importante função de selecionar e enviar ao receptor da amostra a radiação monocromática complementar da amostra em estudo e que pode ser feita por vidros coloridos ou por intermédio de um prisma (que faria uma seleção mais eficiente). Quando o aparelho é equipado com o monocromador de filtros coloridos recebe o nome de colorímetro e quando possui o monocromador de prisma recebe o nome de espectrofotômetro. O receptor da amostra é o lugar aonde deverá ser inserida a solução em estudo normalmente em cubetas de quartzo ou em tubos de ensaio. Normalmente o receptor fica numa câmara escura para evitar interferência de radiação luminosa externa. Logo após o receptor da amostra, existe o fotodetector que funciona como fotômetro (foto = luz; metros = medidas) que realiza a transformação da luz em energia elétrica. Pode-se usar células fotoelétricas ou fotomultiplicadoras, o sinal elétrico recebe uma ampliação antes de ser enviado ao amperímetro afim de proceder-se a leitura do resultado. No caso de usar-se célula fotovoltaica, pode-se enviar o sinal diretamente ao amperímetro. Finalmente no amperímetro (que pode ser analógico ou digital) são feitas as leituras dos resultados, existindo em alguns aparelhos sofisticados um registrador que realiza as anotações dos resultados (1, 7, 10, 13, 27).

6.1.1 - Determinação do fósforo disponível

O método para determinação do fósforo disponível no solo preconiza a análise feita em solução obtida através da extração com o extrator de Mellich e reagida com molibdato de amônio, empregando o ácido ascórbico como redutor. A solução assim adquire cor azul, de boa estabilidade, e, de boa intensidade proporcional à quantidade de fósforo na solução (10, 13, 19).

6.1.1.1 - Método Analítico:

Medir 10ml de T.F.S.A. e colocar em erlenmeyer 250ml, adicionar 100ml de solução extratora (HCl 0,05N + H₂SO₄ 0,025N);

Agitar durante 30 minutos em agitador horizontal circular e deixar em repouso por uma noite;

Pipetar 5ml do líquido sobrenadante e colocar em becker de 50ml;

Adicionar 10ml de solução de molibdato de amônio e uma pitada de ácido ascórbico em pó. Agitar e desenvolver a cor azul durante aproximadamente 45 minutos;

Ligar o espectrofotômetro com antecedência mínima de 30 minutos;

Aferir o aparelho entre 0 e 100 de transmitância usando respectivamente a cubeta preta e o material obtido na prova em branco, na frequência de 660nm ou usando filtro vermelho;

Efetuar a leitura dos padrões de 1, 2, 3 e 4 ppm de P;

Efetuar a leitura das amostras tendo o cuidado de lavar com água destilada e limpar as cubetas entre uma e outra amostra, lavando também com a própria solução a estudar antes de colocá-la no aparelho (este tópico refere-se a aparelhos manuais);

O teor de fósforo na solução é encontrado por interpolação na curva padrão construída com as leituras das Absorbâncias das soluções-padrões (6, 7, 13).

Prova em Branco: Proceder da mesma forma descrita para análise colocando-se todos os reagentes em contato com a solução extratora sem entretanto colocá-los em contato com o solo. Usar para aferir em transmitância 100.

Diluição: As vezes a coloração das amostras ultrapassa a intensidade de coloração desenvolvida pelos padrões sendo necessário proceder diluição destes extratos. Não é possível diluir a dissolução azul que caso resulte demasiado intensa. É necessário tomar uma nova parte da alíquota, diluí-la, reagi-la desenvolvendo novamente a cor. No momento dos cálculos multiplicar o resultado pelo número de diluições que tenham ocorrido.

6.1.2 - Preparação de soluções:

Solução extratora (HCl 0,05N + H₂SO₄ 0,025N): Completar a um litro com água destilada 4,3ml de HCl concentrado e 0,69ml de H₂SO₄ concentrado.

Solução Ácida de Molibdato de Amônio (concentrada): Em balão aferido de um litro, colocar 2g de subcarbonato de bismuto e + 250ml de água destilada, e juntar rapidamente 150ml de H₂SO₄ concentrado. Depois de frio, juntar uma solução de 20g de molibdato de amônio e + 200ml de água. Completar a um litro e homogeneizar.

Solução de Molibdato de Amônio (diluída): Em proveta graduada, colocar 300ml da solução concentrada e completar a um litro. Agitar com bastão de vidro.

Ácido Ascórbico em pó.

Padrão de 25ppm de P: Colocar durante uma noite em estufa a 80°C pequena quantidade de KH₂PO₄. Após esfriar em dessecador, pesar 0,2195g e diluir a dois litros de água destilada tendo o cuidado de adicionar 3ml de H₂SO₄ antes de completar o volume para assegurar perfeita dissolução do fosfato.

Padrão 1 ppm de P: Pipeta-se 10ml do padrão de 25 ppm de P e dilui-se na solução extratora até 250ml em balão aferido.

Padrão 2 ppm de P: Procede-se da mesma forma pipetando-se 20ml do padrão de 25 ppm de P e dilui-se a 250ml.

Padrão 3 ppm de P: IDEM, pipetando-se 30ml.

Padrão 4 ppm P: IDEM, pipetando-se 40ml.

6.1.3 - Determinação do SiO_2

Transferir o resíduo proveniente do ataque sulfúrico (v.4.4) que ficou retido no papel de filtro com o auxílio de piceta contendo Na_2CO_3 a 5% para um erlenmeyer de 600ml de capacidade;

Deixar que a suspensão ferva durante 30 minutos;

Deixar esfriar e juntar 1ml de NaOH a 30% e transferir para balão aferido de 200ml usando a piceta contendo Na_2CO_3 a 5% e aferir com água destilada com o auxílio de uma piceta homogeneizar e filtrar;

Pipetar com precisão 0,1ml do filtrado e transferir para copo plástico de +- 150 ml;

Adicionar 60 ml de água destilada e com precisão do tempo, adicionar 2,5ml de molibdato de amônio a 9% e esperar 10 minutos;

Transcorrido o tempo, adicionar 2,5ml de solução de ácido tartárico. Ter o cuidado de agitar o copo logo após a adição de cada reagente afim de acelerar o desenvolvimento das reações, esperar 5 minutos;

Acrescentar + 30mg de Ácido Ascórbico em pó, agitar e transferir a solução para balão de 100ml e aferir com água destilada, esperar o desenvolvimento da cor por uma hora;

Levar as amostras para o espectrofotômetro juntamente com os padrões previamente reagidos como as amostras e proceder leitura usando 700nm de frequência e filtro vermelho, fazendo antes ajustes da prova em branco usando 100% de transmitância;

O teor de SiO_2 no solo é encontrado por interpolação na curva construída com os padrões.

Prova em Branco:

Em balão de 100ml adicionar 60ml de água destilada, 2,5ml de molibdato de amônio a 9% e esperar 10 minutos;

Após esse tempo adicionar 2,5ml de ácido tartárico e esperar 5 minutos, juntar ao balão + 30mg de ácido ascórbico em pó e deixar uma hora em repouso afim de que se desenvolva a coloração (5, 8, 23, 24).

6.1.4 - Preparação de soluções:

NaCO_3 5%: Pesar 100g de NaCO_3 e dissolver em balão de dois litros com água destilada;

Molibdato de Amônio a 9%: Pesar 10g de molibdato de amônio. Preparar em becker de 800ml uma solução com 500ml de água destilada e + 62ml H_2SO_4 agitando com bastão de vidro, em seguida juntar ao mesmo as 10g de molibdato de amônio e agitar. Transferir para o balão de um litro e aferir com água destilada após esfriar.

NaOH 30%: Pesar 300g de NaOH e dissolver em cerca de 600ml de água destilada. Após esfriar transferir para balão de um litro e aferir.

Solução de Ácido Tartárico: Pesar 280g de ácido tartárico e dissolver em cerca de 800ml de água destilada. Transferir para balão de um litro e completar o volume.

6.2 - FOTOMETRIA DE CHAMA

O método baseia-se na seleção e medição de radiação monocromática emitida pelos átomos quando excitados pelo calor de uma chama. A amostra, que deverá estar em solução, é transformada em aerosol e lançada em direção à chama. Imediatamente ocorre a evaporação da fração líquida restando um resíduo sólido que é vaporizado na chama transformando-se em moléculas gasosas que pela ação do aquecimento transformam-se em átomos neutros. Estes por sua vez, após sofrerem a excitação pela chama, ou seja o ganho de energia pelo calor, perdem um dos elétrons de orbitais internos menos energéticos para orbitais externos mais energéticos. Quando o elétron retorna a sua posição original, devolve ao ambiente a energia extra que possuía na forma de luz (ver figura 9). Esta luz é característica própria de cada elemento, com comprimento de onda estabelecido para cada um e sua intensidade é proporcional a quantidade do elemento na chama e consequentemente na solução (27).

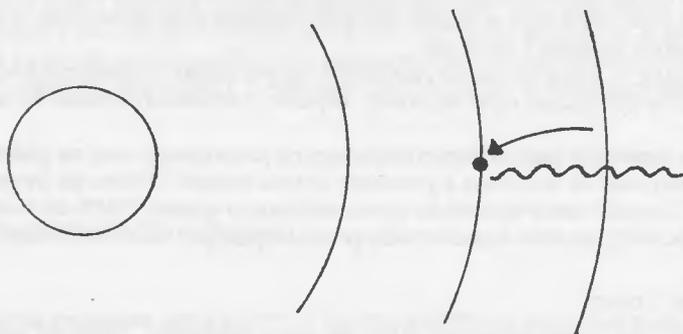


Figura 9 - Luz monocromática sendo liberada ao retorno do elétron.

Como exemplo de comprimento de onda de linha de ressonância de alguns elementos pode ser citada a do cálcio (422,7nm), do Potássio (766,5nm), e do sódio (589,0nm).

O aparelho em esquema na figura 10, consta de uma unidade queimadora-nebulizadora onde se situa a queima do gás combustível juntamente com o aerosol da solução em estudo, após esta ser aspirada para a chama pela ação de Venturi (alguns queimadores realizam a mistura do aerosol com o gás antes da queima sendo por isso chamados de queimadores-nebulizadores de pré-mistura ou escoamento laminar, outros realizam a mistura do gás com o aerosol somente em contato com a chama já acesa, sendo cha-

ma dos de fluxo turbolento ou consumo total). Após a queima, na direção e antes do fotodetector, existe um monocromador que realiza a seleção da faixa de onda monocromática do elemento a ser dosado na chama e finalmente o fotodetector que realiza a transformação da energia luminosa em energia elétrica a qual pode ser facilmente medida por um amperímetro.

Para obter os resultados faz-se um gráfico com os padrões do elemento a ser mensurado e interpola-se com os resultados obtidos da amostra em estudo (10, 13, 27).

O esquema do aparelho é o que se segue abaixo (ver figura 10):

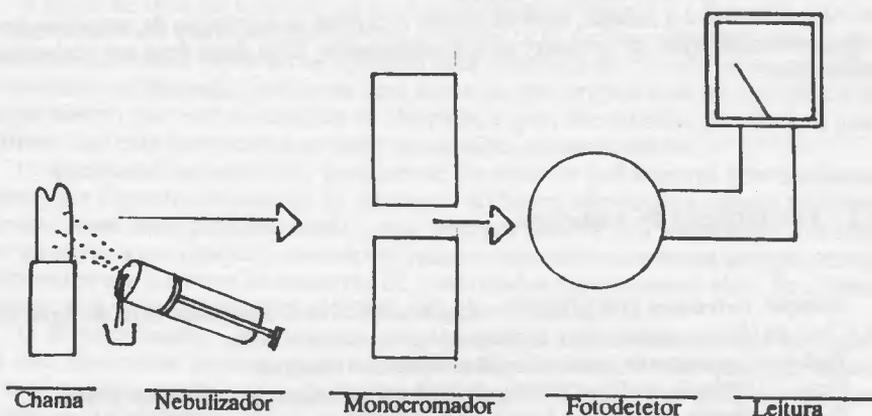


Figura 10 - Fotômetro de chama em esquema

6.2.1 - Determinação do potássio e sódio trocáveis

Usar o líquido sobrenadante obtido na extração do P disponível (Mellich: 0,05N, HCl e 0,025 H₂SO₄) ou repetir procedimento para extração do P disponível;

Acondicionar 25ml em média em becker de 50ml;

Colocar os padrões 0,1; 0,2; 0,3; e 0,4 em beckers de 50ml. Fazer a prova em branco e aferir o aparelho com os padrões anotando os valores:

Realizar a leitura das amostras;

Repetir toda a operação de aferimento ao realizar a determinação de outro elemento, selecionando antes o filtro monocromador existente no aparelho para cada elemento.

Prova em Branco:

Colocar cerca de 40ml de solução extratora em becker de 50ml e levar ao aparelho. Usar esta para aferir o "blanch" do aparelho em 0. Usar o becker da prova em branco para zerar o aparelho entre cada amostra.

Cálculos:

A concentração de potássio existente na amostra é dado pela seguinte expressão:

Leitura da amostra . $f_k \cdot 390 = \text{ppm de K no solo}$

ou

Leitura da amostra . $f_k = \text{meq/100ml de T.F.S.A.}$

onde: $0,1 + 0,2 + 0,3 + 0,4$
L L L L

$$f_k = \frac{\quad}{4}$$

Obs: Os cálculos para o Na são idênticos aos do K (6, 7, 10, 13).

Diluição:

Toda vez que a leitura das amostras ultrapassar a leitura do maior padrão deverá ser feita a diluição da amostra. Ao realizar-se os cálculos multiplicam-se os resultados pelo número de vezes que a amostra foi diluída.

Obs: Ao encerrar-se a análise, deve-se deixar o capilar de aspiração de amostras imerso em água destilada afim de proteger-se o equipamento. Esta água deve ser renovada periodicamente.

6.2.2 - Preparação de soluções

Solução Extratora (HCl 0,05N + H₂SO₄ 0,025N): Diluir a um litro de água destilada 4,3ml de HCl concentrado e 0,69ml de H₂SO₄ concentrado.

Padrão Concentrado contendo 1,0 meq de K e Na/litro:

Pesar 0,0585g de NaCl e 0,0746g de KCl e diluir a um litro de água destilada.

Padrão diluído contendo 0,1 meq de K e Na/litro:

Pipetar 10ml do padrão concentrado e transferir para balão de 100ml. Completar com água destilada.

Padrão 0,1 meq/l de K e Na:

Pipetar 5ml do padrão diluído e diluir a 500ml;

Padrão 0,2 meq/l de K e Na:

Pipetar 10ml do padrão diluído e diluir a 500ml;

Padrão 0,3 meq/l de K e Na:

Pipetar 15ml do padrão diluído e diluir a 500ml;

Padrão 0,4 meq/l de Na:

Pipetar 20ml do padrão diluído e diluir a 500ml.

6.3 - ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

A Fotometria de Absorção ou Espectrofotometria de Absorção Atômica é um método analítico recente de grande utilidade pela sua praticidade e precisão, sendo útil em pesquisas para quantidades ínfimas a determinar. No caso de solos é bastante útil e preciso na determinação de micronutrientes e de macronutrientes que são obtidos com maior precisão e menor gasto de reagentes.

No capítulo anterior (Fotometria de chama), vimos que uma solução contendo um metal, ao ser posta em contato com uma chama, forma-se em geral um vapor que contém o metal. Alguns destes átomos podem excitar-se adquirindo energia a ponto de terem a localização de seus elétrons alterada, enviando luz característica no momento de seu retorno à sua posição original, sendo este o princípio da fotometria de emissão de chama. Entretanto, a maioria dos átomos permanece em estado fundamental, não excitado, sendo estes átomos suscetíveis à absorção de radiação de comprimento de onda de ressonância correspondente, sendo esta absorção proporcional à quantidade de átomos não excitados no interior da chama e, conseqüentemente, na amostra (21, 27).

A aparelhagem consta basicamente de uma fonte de raios de ressonância, sistema queimador nebulizador, monocromador, detetor e registrador (geralmente opcional ver figura 11).

A fonte de raios de ressonância mais comumente utilizada é a lâmpada de cátodo oco, que possui um cátodo cilíndrico oco formado pelo mesmo elemento que se deseja determinar na chama. Após ter-se aplicado uma diferença de elevado potencial elétrico nos eletrodos da lâmpada, produz-se uma descarga que origina íons no argônio ou neônio (gás nobre) que está no interior da lâmpada, e que, são atraídos ao cátodo e que ao colidirem com este provocam a emissão de radiação monocromática.

O queimador-nebulizador, geralmente do tipo de pré-mistura (ou escoamento laminar) em Espectrofotometria de Absorção Atômica, apresenta a cabeça de formato horizontal com uma pequena fenda o que provoca uma chama longilínea. Tal cabeça pode ser movida em relação a emissão de raios de ressonância com sua posição anotada, facilitando assim a leitura de amostras de quantidades relativamente altas do elemento à analisar sem a realização de uma prévia diluição da amostra.

O monocromador tem a função de selecionar a raia de ressonância de todas as raios não absorvidas emitidas pela fonte de radiação. Pode-se usar qualquer material que realize esta seleção, sendo preferido as redes de difração, por estas apresentarem uma eficiente dispersão.

Os detetores realizam a transformação da energia luminosa em elétrica, facilmente mensurável em amperímetros, sendo em absorção atômica bastante empregado o uso de células fotomultiplicadoras em virtude da necessidade de uma maior sensibilidade espectral (27).

Como a quantidade de radiação absorvida pelos átomos é proporcional a sua concentração, torna-se fácil chegar-se a concentração de qualquer elemento na chama, bastando construir anteriormente um gráfico utilizando soluções padronizadas do elemento em questão e interpolar os resultados (13, 14, 21, 27).

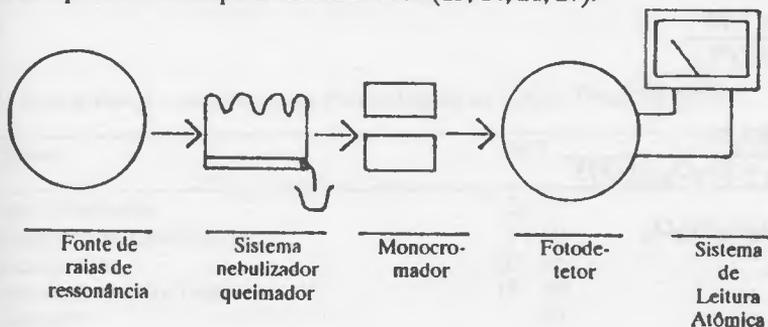


Figura 11 - Espectrofotômetro de absorção atômica em esquema.

Em função da fonte de raios de ressonância (lâmpada de cátodo oco) possuem suas exigências de construção, não podem ser analisadas por este método os gases permanentes, os halogênios o carbono e o fósforo. Existem diversos fatores que podem influenciar na análise em função da chama e são conhecidos por interferências. Existem interferências espectrais e químicas, por exemplo, certa interferência química que é a formação de compostos estáveis na chama, ocorrendo quando o composto não dissocia-se completamente na chama, como, na determinação do cálcio na presença de Fosfato ou Sulfato. Emprega-se para evitar esta interferência o uso de agentes de liberação que formariam um composto com o radical não em estudo (no caso do Cálcio, com o Fosfato ou o Sulfato) e liberando o elemento para ser analisado na chama. Por este motivo na determinação do cálcio é adicionado à amostra e aos padrões um excesso de cloreto de Lantânio ou Estrôncio que participará da formação de um fosfato com esse elemento (Lantânio ou Estrôncio) liberando o cálcio (27).

7 - APÊNDICES

7.1 - ÍNDICES EMPREGADOS

São empregados os seguintes índices na análise de solos:

1 - Soma das Bases: S

$$\text{meq \% (Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^{+} + \text{Na}^{+}) = \text{S em meq/100g de T.F.S.A.}$$

2 - Capacidade de Troca de Cátions: T (CTC)

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

3 - Percentagem de Saturação de Bases: V

$$\text{V\%} = 100 \cdot \frac{\text{S}}{\text{T}}$$

4 - Saturação com Alumínio

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

5 - Saturação com Sódio

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

6 - Ki

$$\text{Ki} = \frac{\text{SiO}_2\% \times 1,70}{\text{Al}_2\text{O}_3\%}$$

7 - Kr

$$\text{Kr} = \frac{1,7 \cdot \text{SiO}_2\%}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 0,6375}$$

8 - Relação $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$

$$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3\%}{\text{Fe}_2\text{O}_3\%}$$

9 - Relação C/N

$$\text{C\%/N\%}$$

Fonte: (13,16)

7.2 - INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE

Depois de realizada a análise, seus dados precisam ser interpretados. A seguir são fornecidos valores aonde o aluno deverá enquadrar seus resultados para que possa avaliá-lo.

1. Valores de Ki

Até 1,33 -----	Lateritas
de 1,33-2,20 -----	Solo Lateríticos
mais de 2,20 -----	Solos não Lateríticos

Fonte: VIEIRA & VIEIRA (26)

2. Índices de Ki e Kr para alguns grupos de Solos segundo Brown e Calwell, citados por VIEIRA (25)

Unidade de Solo	Horizonte	Ki	Kr
Latossolo	A	1,01	0,30
	B	1,95	1,51
	C	1,87	1,66
Podzol	A	2,93	3,28
	B	2,09	1,42
	C	3,28	2,07
Brunizem	A	3,61	2,66
	B	3,60	2,73
	C	3,68	2,63

Fonte: BROWN e CALWELL, citados por VIEIRA (25)

3. Interpretação em função de Percentagem de Sódio Trocável (PST).

Nome	PST
não solodizado	0 - 5
fracamente solodizado	5 - 10
solodizado	10 - 15
fortemente solodizado	15 - 20
solonetz	20

Fonte: VIEIRA & VIEIRA (26)

4. Efeitos em função da condutividade elétrica

mmh/cm		Efeitos
pasta saturada	água-solo 1:2	
1,0	0,4 desprezível efeitos salinos	A maioria das culturas desenvolve-se bem. Nenhuma ação danosa deve ser esperada.
1,1-2,0	0,4-8 baixa salinidade	Seguro para a maioria das culturas, porém em longos períodos secos podem aflorar sais à superfície causando danos às plantas.
2,1-4,0	0,8-1,2 moderadamente salino	Devem cultivar espécies tolerante. Colheitas reduzidas.
4,1-8,0	1,21-1 Solos salinos	Poucas culturas adaptam-se. Recuperação necessária.
8,1-16,0	1,61-3,20 Fortemente salino	Somente colheitas tolerantes a sais são satisfatórias.
16,0	3,2 extremamente salino	Somente capins plantas herbáceas, certos arbustos e árvores, tolerantes ao sal desenvolver-se-ão.

Fonte: JONES Jr (14) e HANDBOOK on reference methods... (11)

5 - Potássio Trocável (meq/100ml T.F.S.A.)

k ⁺	Teor
0,10	Baixo
0,10 a 0,30	Médio
0,30 a 0,60	Altos
0,60	Muito Alto

6 - Fósforo disponível (ppm)

P	Teor
6	Baixo
6 a 11	Médio
11 a 16	Alto
16	Muito alto

7 - Carbono Orgânico (%)

C	M.O	Teor
0,8	1,38	Baixo
0,8 a 1,4	1,38 a 2,41	Médio
1,4	2,41	Alto

8 - % de Saturação Al³⁺

	Teor
5	Muito baixo (não prejudicial)
5 a 10	Baixo (pouco prejudicial)
10 a 20	Médio (medianamente prejudicial)
20 a 45	Alto (prejudicial)
45	Muito Alto (altamente prejudicial)

Fonte: MUZILLI (17)

9 - pH

Valor do pH	Grau de Reação
5,0	acidez elevada
5,0 a 6,0	acidez média
6,0 a 7,0	acidez fraca
igual a 7,0	neutro
7,0	alcalino

10 - Alumínio Trocável (mcq/100ml T.F.S.A.)

Al ³⁺	Teor
0,5	Baixo (não tóxico)
0,5 a 1,5	Médio (tóxico)
1,5	Alto (muito tóxico)

11 - Cálcio Trocável (meq/100ml T.F.S.A.)

Ca ²⁺	Teor
2,0	Baixo
2,0 a 4,0	Médio
4,0	Alto

12 - Magnésio Trocável (meq/100ml T.F.S.A.)

Mg ²⁺	Teor
0,4	Baixo
0,4 a 0,8	Médio
0,8	Alto

Fonte: MUZILLI (17)

8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 01 - ALEXÉEV, V. **Análise quantitativa**. Porto, L. da Silva, 1972. 574 p.
- 02 - BLACK, C.A. **Soil-plant relationships**. Iowa, Iowa State University, 1967. p. 365-402.
- 03 - BLOISE, R.M. & MOREIRA, G.N.C. **Métodos de análises de solos e calcário**. Rio de Janeiro, EMBRAPA, SNLCS, 1976. 36 p. (Boletim Técnico, 55).
- 04 - BREMMER, J.M. **Determination of nitrogen in soil by the Kjeldhal method**. *J. Agric. Sci.* London, 55: 11-33, 1960.
- 05 - CAMARGO, O.A. de et alii. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas, Instituto Agronômico, 1986. 94 p. (Boletim Técnico, 106).
- 06 - CARDOSO, A. **Métodos de análises químicas para avaliação da fertilidade do solo**. - Belém, FCAP, 1982. (Apostila)
- 07 - CHAPMAN, H.D. & PRATT, P.F. **Métodos de análisis para suelos, plantas y aguas**. México, Centro Regional de Ayuda Técnica, Agencia para el Desarrollo Internacional, Trillas, c1973. 195p.
- 08 - EMBRAPA. SNLCS. **Manual de métodos de análises de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.
- 09 - FASSBENDER, H.W. **Química de suelos; con énfasis en suelos de América Latina**. San José, IICA, 1978. 398p. (IICA. Série Libros y Materiales Educativos, 24).
- 10 - GUIMARÃES, G.A.; BASTOS, J.B.; LOPES, E.C. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém, IPEAN, 1970. 108p.
- 11 - HANDBOOK **on reference methods for soil testing**. rev. ed. Athens, The Council on Soil Testing and Plant Analysis, 1980. 130p.
- 12 - ILCHENKO, V & MENDES, J.F. **Algumas modificações no processo de Truogdrosdoff para a determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ 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. 103-8.
- 13 - JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis**. New York, Prentice Hall, 1958. 498p.
- 14 - JONES Jr., J Benton. **A laboratory guide of exercises in conducting soil tests and plant analysis**. Athens, Benton Laboratories, 1984. 158p.
- 15 - KEHRIG, A.G. & AGUIAR, H.A. de **Determinação de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ na terra fina e complexo coloidal**. Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1949. 52p. (Boletim Técnico, 12)
- 16 - LOPES, A.S. & GUIDOLIN, J.A. **Interpretação da análise do solo: conceitos e aplicações**. São Paulo, ANDA. Comitê de Pesquisa/Técnico, 1987. 64p.

- 17 - MUZILLI, O. **Análise de solos: interpretação e recomendação de calagem e adubação para o Estado do Paraná.** Londrina, Fundação Instituto Agrônômico do Paraná, 1978. 49p. (Circular IAPAR, 9).
- 18 - RAMOS, B.M. **Determinação colorimétrica do fósforo total em solos pelo método de redução pelo ácido ascórbico a frio.** Rio de Janeiro, Instituto de Química Agrícola, 1961. 31p. (Boletim Técnico, 61).
- 19 - _____. A propósito da determinação do fósforo assimilável no solo. In: **REUNIÃO BRASILEIRA DA CIÊNCIA DO SOLO, 1.,** Rio de Janeiro, 1947. **Anals.** Rio de Janeiro, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p. 281-287.
- 20 - RICHARDS, L.A., ed. **Diagnostico y rehabilitacion de suelos salinos y sodicos.** 4. ed. México, D.F., Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas, 1965. 172p.
- 21 - SLAVIN, W. **Atomic absorption spectroscopy.** New York, Intercience, 1968. 307p.
- 22 - TISDALE; S.L. & NELSON, W.L. **Soil fertiltly and fertilizers.** 2. ed. New York, Macmillam, 1966. p. 473-6.
- 23 - VAN RAIJ, Bernardo & VALLADARES, J.M.A.S. **Análise dos elementos maiores de rochas, argilas e solos.** Campinas, Instituto Agrônômico, 1974. 23p. (Boletim Técnico, 16).
- 24 - VETORI, L. **Métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro. Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 24p. (Boletim Técnico, 7).
- 25 - VIEIRA, L.S. **Manual da ciência do solo.** São Paulo, Agrônômica Ceres, 1975. 464p.
- 26 - VIEIRA, L.S. & VIEIRA, M. de N.F. **Manual de morfologia e classificação de solos.** 2. ed. rev. ampl. São Paulo, Agrônômica Ceres, 1983. 319p.
- 27 - VOGEL, A. **Análise inorgânica quantitativa.** 4. ed. Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981. 690p.
- 28 - WALKLEY, A & BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science, Baltimore, 37:29-38, 1934.**

SILVA, Sérgio Brazão e. *Análise química de solos*. Belém, FCAP. Serviço de Documentação e Informação, 1991. 41 p. (FCAP. Informe Didático, 11).

ABSTRACT: The methods of soils chemical analysis used by FCAP soils laboratory are related here. These methods are described with explanation of its operation, together with detailed description of employed solutions preparation in every chapter. The methods were divided according to its analytical base, so: chemical methods, electroanalytic methods and spectroanalytic methods at last. The indexes normally required in soil analysis are demonstrated and also a chapter with short notion of analysis interpretation.

INFORMES DIDÁTICOS

Nº 1

REIS, Geraldo Gonçalves dos, MULLER, Manfred Willy. **Análise do crescimento de plantas; mensuração do crescimento.**

Nº 2

VIEIRA, Lúcio Salgado. **O solo e a cultura da seringueira. (*Hevea* sp).**

Nº 3

CHAVES, Rui de Souza. **Física, manejo e conservação do solo.**

Nº 4

WISNIEWSKI, Alfonso. **Látex e borracha.**

Nº 5

SANTOS, P.C.T.C. dos, VIEIRA, L.S., VIEIRA, M.N.F., CARDOSO, A. **Os solos da Faculdade de Ciências Agrárias do Pará.**

Nº 6

CUNHA, Raimundo Lázaro da. **Uso de herbicidas em seringais de cultivo no estado do Pará.**

Nº 7

DANIEL, Omar, YARED, Jorge Alberto Gazel. **Procedimentos para análise do tronco de espécies florestais.**

Nº 8

VIEIRA, Lúcio Salgado, SANTOS, Paulo Cézar Tadeu Carneiro dos, VIEIRA, Maria de Nazaré Figueiredo. **Micro e macroporfil: coleta e montagem.**

Nº 9

CHAVES, Rui de Souza, VIEIRA, Lúcio Salgado. **Potencial das várzeas da Amazônia: uso e manejo.**

Nº 10

CHAVES, Rui de Souza, CUNHA, Raimundo Lázaro Moraes da. **Ervas daninhas, herbicidas e seus efeitos.**

