



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro Nacional de Pesquisa de Solos
Ministério da Agricultura e do Abastecimento*

Manual de Métodos de Análise de Solo

*2^a edição
revista e atualizada*

Centro Nacional de Pesquisa de Solos

Rio de Janeiro

1997

Copyright © 1997. EMBRAPA
EMBRAPA-CNPS. Documentos 1

1ª edição: 1979

Projeto gráfico e tratamento editorial
Cecília Maria MacDowell

Capa
Marie Elisabeth Christine Claessen
Paulo Maurício de Sousa Magalhães

Fotografia
Marie Elisabeth Christine Claessen

Tiragem desta edição: 2.000 exemplares

EMBRAPA-CNPS
Rua Jardim Botânico, 1024
22460-000 Rio de Janeiro, RJ
Tel: (021) 274-4999
Fax: (021) 274-5291
Telex: (021) 23824
e-mail: cnpsolos@cnps.embrapa.br

ISBN 85-85864-03-6

CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.
Centro Nacional de Pesquisa de Solos da EMBRAPA.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Rio de Janeiro, RJ).

Manual de métodos de análise de solo / Centro Nacional de Pesquisa de Solos. – 2. ed. rev. atual. – Rio de Janeiro, 1997.
212p. : il. (EMBRAPA-CNPS. Documentos ; 1)

Conteúdo: pt. 1. Análises físicas – pt. 2. Análises químicas – pt. 3. Análises mineralógicas.
ISBN 85-85864-03-6

1. Solo-Análise-Manual. 2. Solo-Física-Análise. 3. Solo- Química-Análise. 4. Solo-Mineralogia-Análise. I. Título. II. Série.

CDD (19.ed.) 631.40202

AUTORIA DA 2ª EDIÇÃO

Marie Elisabeth Christine Claessen (*Organização*)

Dr. Washington de Oliveira Barreto (*Coordenação técnica*)

José Lopes de Paula

Mariza Nascimento Duarte

APRESENTAÇÃO

A Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), através do Centro Nacional de Pesquisa de Solos (CNPS), centro-referência para pesquisa de solos no Brasil, tem procurado desenvolver, entre suas atividades técnico-científicas, manuais de trabalho de campo e de laboratório, bem como procedimentos para execução de levantamentos de recursos naturais e de avaliação do potencial das terras, voltados para o estabelecimento de critérios e parâmetros obtidos a partir de descrições morfológicas e ampla caracterização analítica.

Com esta publicação, pretende-se dotar a comunidade técnico-científica ligada à Ciência do Solo de meios para a obtenção de dados analíticos, essenciais para a identificação, a classificação e a interpretação de levantamentos necessários ao planejamento do uso dos solos de regiões tropicais.

No âmbito nacional, esta 2ª edição revista e ampliada do Manual de Métodos de Análise de Solo deverá conduzir os usuários das mais diversas áreas de Ciência do Solo à uniformidade analítica.

Antonio Ramalho Filho
Chefe do CNPS

PREFÁCIO

O presente manual, em sua 2ª edição, reúne métodos clássicos empregados na caracterização física, química e mineralógica de solos, incluindo métodos internacionais e nacionais desenvolvidos e adaptados pela EMBRAPA-CNPS (antigo Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos) para solos tropicais de carga variável, durante várias décadas de pesquisa em Ciência do Solo.

Os métodos apresentados neste manual estão divididos em três partes: análises físicas, análises químicas e análises mineralógicas. Em cada uma das partes detalham-se aspectos metodológicos que facilitam o entendimento dos procedimentos analíticos e sua execução, incluindo alguns essenciais ao desenvolvimento de trabalhos específicos de pesquisa.

As determinações analíticas descritas são feitas nas amostras secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira de 20cm de diâmetro e malha de 2mm (terra fina seca ao ar - TFSA). Os resultados obtidos para as amostras são multiplicados pelos respectivos fatores de umidade para expressar os valores a 105°C (terra fina seca em estufa - TFSE).

A expressão dos resultados está de conformidade com o sistema internacional de unidades (SI). Por se tratar de relações entre expressões de resultados, relações como C/N, Ki, Kr não sofreram quaisquer alterações quando confrontadas com os resultados apresentados na 1ª edição do manual.

A água utilizada é destilada e, em casos de determinações de elementos residuais e micronutrientes, a água, além de destilada, é deionizada.

A vidraria não foi listada, visto que é a normalmente utilizada em todos os laboratórios do gênero.

Os equipamentos listados em cada método representam as opções e disponibilidades instrumentais dos laboratórios do CNPS.

As abreviações EAA e EAM referem-se ao espectrofotômetro de absorção atômica e espectrofotômetro de absorção molecular, respectivamente.

Os procedimentos descritos no presente manual requerem medidas de segurança que devem ser observadas. O manuseio de reagentes tóxicos e voláteis deve ser realizado em capela. Ao realizar a impregnação da amostra na confecção de lâminas delgadas de solo, além da capela, o operador deve trabalhar com máscara e luvas de proteção.

O controle de qualidade dos dados analíticos obtidos pela equipe laboratorial é feito através de supervisão permanente de técnicos de nível superior.

Ao longo da preparação desta nova edição contou-se com a colaboração de profissionais das mais diversas áreas, dentre eles cabendo destacar as sugestões apresentadas pelo Dr. Antônio Ramalho Filho, a revisão da parte referente à física de solos feita pelo Dr. Alúcio Granato de Andrade, o auxílio em informática prestado pelo Dr. Rogério Alvarenga e por William de Castro e Silva, a digitação de texto feita por Fátima Barbosa Paulino e o desenho das figuras elaborado por Cláudio Edson Chaffin.

Por fim, deve-se ressaltar o esforço dos autores da 1ª edição deste manual, Luiz Bezerra de Oliveira, José Lopes de Paula, Washington de Oliveira Barreto, Maria Amélia de Moraes Duriez, Ruth Andrade Leal Johas, Raphael Minnoti Bloise, José Flávio Dynia, Gisa Castellini Moreira, Loiva Lizia Antonello e Therezinha da Costa Lima Bezerra, base do presente trabalho.

Rio de Janeiro, 1997

Os Autores

FOREWORD

This manual in its second edition presents analytical procedures for soils characterization. It includes the classical international methods and those developed and/or adapted in Embrapa through the National Soil Research Centre-CNPS (former National Soil Survey and Conservation Service), for tropical soils with variable charge.

Procedures are presented in three parts: physical, chemical and mineralogical methods. Each one is detailed in order to make easier the understanding on how to perform analytical procedures. Some of them are required for specific research studies.

The described procedures are used on air-dried samples, sieved through a 2mm sieve and homogeneized (air-dry fine earth-TFSA). The analytical data from soil samples are multiplied by their corresponding moisture correction factor in order to obtain the final results at 105°C (oven-dry fine earth-TFSE).

The results are expressed according the SI units (Système Internationale). Relations concerning C/N, K_i and K_r have been maintained inaltered.

The water used in the above mentioned procedure is demineralized and, when required it is deionized as well.

Glassware and some equipment, ordinarily used in laboratories, are not listed in this manual.

The equipment listed in these procedures are those available in the CNPS laboratories.

The abbreviations EAA and EAM stand for atomic absorption spectrometry and molecular absorption spectrometry, respectively.

Security conditions are essential in the laboratory. A fume hood is essential in handling toxic chemicals. The soil sample impregnation to be used in thin slides confection requires mask and gloves.

Internally laboratory quality must be permanently controlled and maintained by a qualified researcher.

Professionals from different areas collaborated, significantly, with this new edition as follows: Dr. Antônio Ramalho-Filho with constructive suggestions, Alúcio Granato de Andrade in revising the physics methods, Dr. Rogério Alvarenga and William de Castro e Silva in helping with computing techniques, Fátima Barbosa Paulino digitizing the text and Cláudio Edson Chaffin in drawing.

The first edition of this manual was carried out by Luís Bezerra de Oliveira, José Lopes de Paula, Washington de Oliveira Barreto, Maria Amélia de Moraes Duriez, Ruth Andrade Leal Johas, Raphael Minnoti Bloise, José Flávio Dynia, Gisa Castellini Moreira, Loiva Lizia Antonello e Therezinha da Costa Lima Bezerra.

Rio de Janeiro, 1997

The authors

SUMÁRIO

Apresentação	v
Prefácio	vii
Foreword	ix

PARTE I - ANÁLISES FÍSICAS 1

1	Preparo da amostra	3
2	Terra fina, cascalho e calhaus	5
3	Umidade atual	7
4	Umidade residual e fator " f "	9
5	Umidade obtida no aparelho extrator de Richards	11
6	Umidade obtida com a mesa de tensão	13
7	Densidade aparente	15
8	Densidade de partículas	19
9	Porosidade total	21
10	Microporosidade (Método Mesa de Tensão)	23
11	Macroporosidade	25
12	Análise granulométrica (Dispersão Total)	27
13	Argila dispersa em água	35
14	Grau de flocculação	37
15	Relação silte/argila	39
16	Condutividade hidráulica	41
17	Percentagem de saturação	45
18	Percentagem de agregados	47
19	Limite de liquidez	51
20	Limite e índice de plasticidade	55
21	Limite de pegajosidade	57
22	Limite de contração (LC) (Método do Mercúrio Metálico)	59
23	Grau de contração (GC)	63
24	Superfície específica (Método Simplificado)	65
25	Separação de argila e silte para análises de raios X	67
26	Coefficiente de extensibilidade linear (COLE)	69
27	Expressão dos resultados	73
28	Referências bibliográficas	75

PARTE II - ANÁLISES QUÍMICAS 81

- 1 pH (água, KCl, CaCl₂) 83
- 2 Carbono orgânico 85
- 3 Nitrogênio total 89
- 4 Capacidade de troca de cátions (CTC) e bases trocáveis 93
- 5 Acidez do solo 103
- 6 Hidrogênio extraível 109
- 7 Valor T - CTC (Capacidade de Troca de Cátions) 111
- 8 Valor V (Percentagem de Saturação de Bases) 113
- 9 Percentagem de saturação com alumínio 115
- 10 Percentagem de saturação com sódio 117
- 11 Troca compulsiva (CTC e CTA) 119
- 12 Ponto de carga zero (PCZ) 123
- 13 Ataque sulfúrico 125
- 14 Sílica 127
- 15 Ferro no extrato sulfúrico 131
- 16 Alumínio no extrato sulfúrico 133
- 17 Titânio no extrato sulfúrico 135
- 18 Manganês no extrato sulfúrico 139
- 19 Fósforo no extrato sulfúrico 141
- 20 Relações moleculares Ki e Kr 143
- 21 Relação molecular Al₂O₃ / Fe₂O₃ 145
- 22 Ferro, alumínio, manganês e sílica extraíveis 147
- 23 Sais solúveis 153
- 24 Equivalente de carbonato de cálcio 165
- 25 Necessidade de gesso 167
- 26 Enxofre 169
- 27 Microelementos 171
- 28 Fósforo assimilável 173
- 29 Ataque triácido 177
- 30 Expressão dos resultados 179
- 31 Referências bibliográficas 181

PARTE III - ANÁLISES MINERALÓGICAS 195

- 1 Confeção de lâminas delgadas de solo 197
- 2 Difractometria de raios X 203
- 3 Análise mineralógica de grãos 207
- 4 Referências bibliográficas 211

Parte I

Análises Físicas

PREPARO DA AMOSTRA

1.1 Princípio

Separação das frações do solo seco ao ar ou estufa a 40°C por tamisação, para determinação da proporção destas frações e seu encaminhamento para fins de análises físicas, químicas e mineralógicas.

1.2 Procedimento

- Colocar a amostra depois de protocolada em tabuleiro de madeira de 40 x 60 x 8cm, espalhar e destorroar os torrões existentes manualmente.
- Deixar em local ventilado e seco até completa dessecação ao ar.
- Pesas e anotar o peso da amostra que vai ser preparada.
- Proceder o destorroamento colocando a amostra sobre peça de couro de 60 x 60cm e 4 a 5mm de espessura, separando para um lado a fração grosseira. Pressionar manualmente um rolo de madeira até desfazer os torrões maiores. Ter o cuidado para não quebrar pedras ou concreções.
- Verter a amostra destorroada para um conjunto de 2 peneiras, uma em cima de malha de 20mm e outra em baixo com malha de 2mm.
- O material retido na peneira de 20mm (calhaus) e na de 2mm (cascalho) deve ser colocado em cápsula de porcelana com água, mais 10ml de NaOH 1N, agitando com auxílio de um bastão várias vezes durante o dia e mantido por uma noite nesta solução.
- Lavar bem estes materiais sobre peneira com malha de 2mm.

- Deixar secar em estufa, esfriar e pesar cada fração. Colocar o material em sacos plásticos com etiquetas identificadoras das amostras e enviar para a análise mineralógica.

1.3 Reagente

Hidróxido de sódio 1N - pesar 40g de hidróxido de sódio e dissolver em 1ℓ de água.

1.4 Equipamento

Peneiras de 20mm e 2 mm.

Balança.

Estufa.

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979).

TERRA FINA, CASCALHO E CALHAUS

2.1 Princípio

Quantificar as frações terra fina, cascalho e calhaus presentes na amostra original, através da pesagem de cada uma dessas frações.

2.2 Cálculos

Com o peso da amostra original, do cascalho e dos calhaus, calcular as seguintes expressões:

$$\text{terra fina (g/kg)} = 1.000 - (\text{g/kg calhaus} + \text{g/kg cascalho})$$

$$\text{cascalho (g/kg)} = 1.000 \times b/a$$

$$\text{calhaus (g/kg)} = 1.000 \times c/a$$

a = peso total da amostra

b = peso do cascalho

c = peso dos calhaus

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979).

UMIDADE ATUAL

3.1 Princípio

Determinação do teor de umidade presente na amostra de solo, transportada em embalagem impermeável e vedada.

3.2 Procedimento

- Colocar a amostra, com ou sem estrutura deformada, em lata de alumínio numerada e de peso conhecido.
- Pesar e transferir para estufa a 105-110°C, deixando nesta condição durante 24 horas.
- Retirar da estufa, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar.

3.3 Cálculo

$$(1) \text{ Umidade Gravimétrica} = 100 (a - b) / b$$

$$(2) \text{ Umidade Volumétrica} = 100 (a - b) / c$$

a = peso da amostra úmida (g)

b = peso da amostra seca (g)

c = volume da amostra (cm³)

$$(3) \text{ Umidade Volumétrica} = (1) \times d$$

(1) = umidade gravimétrica

d = densidade do solo (g/cm³)

3.4 Equipamento

Estufa.

Balança.

Referências: EMBRAPA (1979); Uhland (1951).

UMIDADE RESIDUAL E FATOR “f”

4.1 Princípio

UR - Umidade contida na amostra de solo, após preparada e seca ao ar ou estufa a 40°C.

Fator “f” - correção dos resultados de análises de solo feitas em terra fina seca ao ar em terra fina seca em estufa a 105°C.

4.2 Procedimento

- Colocar aproximadamente 20g de solo em erlenmeyer de peso conhecido com aproximação de 0,001g.
- Pesar em balança de precisão com aproximação de 0,001g.
- Transferir para estufa a 105°C e deixar durante uma noite.
- Colocar em dessecador, esfriar e pesar com aproximação de 0,001g.

4.3 Cálculo

$$\text{Umidade residual} = 100 (a - b) / b$$

a = peso da amostra seca ao ar

b = peso da amostra seca a 105°C

$$\text{Fator "f"} = a / b$$

a = peso da amostra seca ao ar

b = peso da amostra seca a 105°C

4.4 Equipamento

Estufa.

Balança.

Dessecador.

Erlenmeyer.

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979); Paiva Netto & Jorge (1950).

UMIDADE OBTIDA NO APARELHO EXTRATOR DE RICHARDS

5.1 Princípio

Amostras de solo saturadas são colocadas em placas de cerâmica ou membrana previamente saturadas e submetidas a uma determinada pressão, até atingir a drenagem máxima da água contida nos seus poros, correspondente à tensão aplicada. Determina-se então a umidade da amostra. As tensões usualmente utilizadas são: 0,01; 0,033; 0,1; 0,5; e 1,5 MPa. Com elas elabora-se a curva característica de retenção de umidade do solo.

5.2 Procedimento

- Colocar uma placa de cerâmica de 1 bar para as baixas tensões de 0,01 a 0,1MPa e uma de 15 bars para as tensões de 0,5 e 1,5 MPa. Antes de colocar as placas, colocar um anteparo ao redor destas para evitar a perda de água.
- Distribuir os anéis de PVC de 5cm de comprimento e 1cm de altura na placa porosa e derramar no interior dos anéis 25 a 30 g de solo. Compactar levemente com auxílio de uma lata de mesmo diâmetro.
- Adicionar água na placa de cerâmica, até que o nível desta fique bem próximo da borda do anel de PVC. Deixar as amostras nestas condições, até completa saturação, geralmente durante uma noite.
- Retirar o “anel”, inclinar levemente a placa, a fim de eliminar o excesso de água e colocar no aparelho extrator de Richards.
- Apertar bem os parafusos e abrir os reguladores de pressão, gradativamente, até que o manômetro acuse a pressão desejada.
- Deixar por período de 24 horas ou mais, caso se observe que ainda há drenagem proveniente das amostras.
- Separar uma quantidade de latas de alumínio numeradas e de peso

conhecido, igual ao número de amostras.

- Descarregar a pressão, retirar as placas e transferir as amostras imediatamente para as latas, com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável.
- Pesar o mais rapidamente possível, com aproximação de 0,05g, colocar na estufa, deixar por 24 horas, dessecar, esfriar e pesar novamente.

5.3 Cálculo

$$\text{Umidade (MPa)} = 100 \frac{(a - b)}{b}$$

a = peso da amostra após ser submetida à pressão utilizada: 0,01; 0,033; 0,1; 0,5; 1 ou 1,5MPa

b = peso da amostra seca a 105°C

Observação:

O uso de amostras com estrutura indeformada apresenta resultados mais próximos da condição de campo. Por isso deve-se dar preferência a este tipo de amostra.

5.4 Equipamento

Aparelho extrator de Richards.

Placa de cerâmica de 15 bar.

Compressor.

Estufa.

Balança.

Referências: Haise et al. (1955); Oliveira (1966); Pierantoni (1973); Richards (1941, 1954); Richards & Weaver (1943); Righes & Veiga (1976).

UMIDADE OBTIDA COM A MESA DE TENSÃO

6.1 Princípio

Amostras de solo são colocadas sobre a mesa de tensão e saturadas. Ajusta-se a altura da coluna de água abaixo da mesa para 100 cm para se obter uma tensão de 0,01 MPa ou para 60cm para se obter uma tensão de 0,006 MPa. Esta provoca a drenagem da água retida nos poros do solo, através de sucção provocada pelo vácuo formado na mesa de tensão.

6.2 Procedimento

- Limpar bem a lâmina de vidro e colocar a tela metálica ou de náilon de 0,25mm de malha e dimensões 40 x 40cm, de forma centralizada.
- Colocar a primeira folha de mata-borrão com dimensões de 45 x 45cm centralizada e em seguida adicionar aproximadamente 500ml de uma suspensão coloidal proveniente da determinação de argila. Nesta operação, o frasco de nível deve ficar numa posição de 60 ou 100cm abaixo do nível do mata-borrão, dependendo da tensão requerida.
- Comprimir o mata-borrão, passando várias vezes um cilindro de vidro e adicionar gradativamente, mais suspensão coloidal até se obter uma boa uniformidade do material e sem bolhas de ar na tela. Colocar a segunda ou terceira folha, se necessário, do mata-borrão e proceder da mesma forma, como citado anteriormente.
- Fazer o teste de funcionamento da mesa de tensão, que consiste em manter a coluna de água contínua da superfície do mata-borrão até o frasco de nível. No caso de quebra da coluna, levantar e baixar o frasco de nível e adicionar mais suspensão coloidal até se obter o desejado.
- Depois da mesa preparada, colocar sobre o mata-borrão os anéis de PVC de 1cm de altura e 6cm de diâmetro. Encher com a terra fina cada anel, comprimindo ligeiramente, com lata de alumínio de mesmo diâmetro.
- Proceder a saturação das amostras, inicialmente por meio de jatos de água de uma pisseta sobre o mata-borrão e depois elevando-se o “frasco de

nível” de modo que a lâmina de água fique ligeiramente acima do topo do mata-borrão.

- Cobrir as amostras com bandeja de plástico e deixá-las saturando durante 16 a 24 horas. Em seguida, abaixar o “frasco de nível” para o nível de sucção correspondente a 100cm de altura de coluna de água. Deixar durante a noite.

- Verificar se não houve quebra da coluna de água. Retirar rapidamente as amostras e colocar em latas de alumínio aferidas e tampar. Pesas as latas com as amostras e transferir para estufa a 105°C. Deixar durante 16 a 24 horas, colocar em dessecador, esfriar e pesar.

6.3 Cálculo

$$\text{Umidade (MPa)} = 100 \frac{(a - b)}{b}$$

a = peso da amostra após ser submetida à pressão utilizada: 0,01 ou 0,006 MPa

b = peso da amostra seca a 105°C

6.4 Equipamento

Mesa de tensão.

Anéis de PVC.

Estufa.

Balança.

Referências: EMBRAPA (1979); Leamer & Shaw (1941); Oliveira (1968); Oliveira & Paula (1983); Paula & Oliveira (1984).

DENSIDADE APARENTE

7.1 Método do anel volumétrico

7.1.1 Princípio

Coleta de amostras de solo com estrutura indeformada através de um anel de aço (Kopecky) de bordas cortantes e volume interno de 50cm³.

7.1.2 Procedimento

- Determinar ou anotar o volume do anel ou cilindro que contém a amostra.
- Pesar o conjunto e anotar o peso, ou transferir a amostra para lata de alumínio numerada e de peso conhecido, e pesar.
- Colocar na estufa a 105°C e, após 24 e 48 horas, retirar, deixar esfriar e pesar.

7.1.3 Cálculo

$$\text{Densidade aparente (g / cm}^3\text{)} = a / b$$

a = peso da amostra seca a 105°C (g)

b = volume do anel ou cilindro (cm³)

Observação:

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

7.1.4 Equipamento

Anel de Kopecky ou cilindro volumétrico.

Estufa.

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

7.2 Método da proveta

7.2.1 Princípio

Determinação do peso de solo compactado necessário para completar o volume de uma proveta de 100ml.

7.2.2 Procedimento

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

7.2.3 Cálculo

$$\text{Densidade aparente (g / cm}^3\text{)} = a / b$$

a = peso da amostra seca a 105°C

b = volume da proveta

Observação:

Esta determinação exprime a relação massa/volume do solo, sendo seus resultados comparáveis aos obtidos pelo método do anel, apenas para solos arenosos, não sendo recomendáveis para solos argilosos ou estruturados.

7.2.4 Equipamento

Proveta.

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979).

7.3 Método do torrão**7.3.1 Princípio**

Impermeabilização de um torrão ou conglomerado, feita com parafina fundida ou resina SARAN, de maneira a permitir mergulhá-lo em água ou outro líquido e determinar seu volume.

7.3.2 Procedimento

- Pesar o torrão ou conglomerado de 4 a 7cm de diâmetro, depois de secar ao ar.
- Colocar o mesmo numa placa de petri ou lata de alumínio numerada para identificação da amostra.
- Mergulhar o torrão em parafina fundida (60 - 65°C) ou resina SARAN, até que se obtenha uma perfeita impermeabilização.
- Pesar o torrão depois de impermeabilizado e esfriado.
- Colocar uma alça de arame no prato da balança, juntamente com um contrapeso de 200g e aferir a balança.
- Introduzir o torrão parafinado em bécher contendo água. Assim, obtém-se o peso do torrão impermeabilizado mergulhado em água.
- Retirar o torrão, partir com uma faca e transferir uma parte deste, sem parafina, para uma lata de alumínio, a fim de determinar a umidade.

7.3.3 Cálculos

$$\text{peso do torrão a } 105^{\circ}\text{C} = a / \left[1 + \left(\frac{b}{100} \right) \right]$$

a = peso do torrão úmido

b = % de umidade da subamostra

$$\text{volume do torrão} = [(a - b) - c]$$

a = peso do torrão parafinado

b = peso do torrão parafinado mergulhado em água

c = volume da parafina = peso da parafina / 0,90

$$\text{densidade aparente (g / cm}^3\text{)} = \frac{a}{b}$$

a = peso do torrão seco a 105°C

b = volume do torrão

7.3.4 Reagente

Parafina.

7.3.5 Equipamento

Balança.

Placa aquecedora.

Termômetro.

Referências: Arena (1945); Black (1965); Brasher et al.(1966); EMBRAPA (1979); Franzmeyer et al. (1977).

DENSIDADE DE PARTÍCULAS

8.1 Princípio

Determinação do volume de álcool necessário para completar a capacidade de um balão volumétrico, contendo solo seco em estufa.

8.2 Procedimento

- Pesar 20g de solo, colocar em lata de alumínio de peso conhecido, levar à estufa, deixar por 6 a 12 horas, dessecar e pesar, a fim de se obter o peso da amostra seca a 105°C.
- Transferir a amostra para balão aferido de 50ml.
- Adicionar álcool etílico, agitando bem o balão para eliminar as bolhas de ar que se formam.
- Prosseguir com a operação, vagarosamente, até a ausência de bolhas e completar o volume do balão.
- Anotar o volume de álcool gasto.

8.3 Cálculo

$$\text{Densidade de partículas (g / cm}^3\text{)} = a / 50 - b$$

a = peso da amostra seca a 105°C

b = volume de álcool gasto

8.4 Reagente

Álcool etílico.

8.5 Equipamento

Estufa.

Referências: Brasil (1949); Donahue (1952); EMBRAPA (1979).

POROSIDADE TOTAL

9.1 Princípio

Determina o volume de poros totais do solo ocupado por água e/ou ar.

9.2 Cálculos

$$(1) \text{ Porosidade total} = 100 (a - b) / a$$

a = densidade real

b = densidade aparente

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

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

Referências: Donahue (1952); EMBRAPA (1979); Forsythe (1975); Oliveira et al. (1968); Vomocil (1965).

MICROPOROSIDADE (Método Mesa de Tensão)

10.1 Princípio

Amostras saturadas são colocadas sob a mesa de tensão a qual retira a água dos macroporos (poros com $\theta \geq 0,05\text{mm}$). Após pesagem, antes e depois de ir à estufa a 105°C , obtém-se o volume de macro e microporos contidos na amostra.

10.2 Procedimento

- Depois da mesa de tensão preparada, conforme descrito no item 6.2, colocar os cilindros contendo as amostras depois de saturadas e pesadas sobre o mata-borrão, cobrir com bandeja de plástico e abaixar o “frasco de nível” para o nível de sucção correspondente a 60 cm de altura de coluna d’água.
- Após 24 horas, retirar os cilindros dos seus respectivos lugares e pesar, repetindo a operação por mais tempo caso não se obtenha constância de pesada.
- Verificar se não houve quebra da coluna d’água.
- Em seguida retirar o pano e o elástico e colocar o cilindro em placa de petri, pesar e transferir para a estufa.
- Após 24 e 48 horas, pesar e determinar o peso do bloco seco a 105°C .

10.3 Cálculo

$$\text{Microporosidade} = \frac{a - b}{c}$$

a = peso da amostra após ser submetida a uma tensão de 60 cm de coluna de água.

b = peso da amostra seca a 105°C (g).

c = volume do cilindro

10.4 Equipamento

Mesa de tensão.

Estufa.

Balança.

Referências: EMBRAPA (1979); Oliveira (1968); Oliveira & Paula (1983).

MACROPOROSIDADE

11.1 Princípio

Volume do solo que corresponde aos poros com $\theta \geq 0,05$ mm.

11.2 Cálculos

$$\text{Macroporosidade} = \text{Porcentagem de saturação} - \text{microporosidade}$$

$$\text{Macroporosidade} = \text{Porosidade total} - \text{microporosidade}$$

Referências: EMBRAPA (1979); Oliveira (1968); Oliveira & Paula 1973).

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (Dispersão Total)

12.1 Método da pipeta

12.1.1 Princípio

Baseia-se na velocidade de queda das partículas que compõem o solo. Fixa-se o tempo para o deslocamento vertical na suspensão do solo com água, após a adição de um dispersante químico (soda ou calgon). Pipeta-se um volume da suspensão, para determinação da argila que seca em estufa é pesada. As frações grosseiras (areia fina e grossa) são separadas por tamisação, secas em estufa e pesadas para obtenção dos respectivos percentuais. O silte corresponde ao complemento dos percentuais para 100%. É obtido por diferença das outras frações em relação à amostra original.

12.1.2 Procedimento

12.1.2.1 Solos normais

- Colocar 20g de solo em copo plástico de 250ml. Adicionar 100ml de água e 10ml de solução normal de hidróxido de sódio, ou 10ml de hexametáfosfato de sódio, tamponado com carbonato de sódio. Agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.

- Transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico “stirrer” com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300ml. Colocar o copo no agitador e proceder à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos.

- Passar o conteúdo através de peneira de 20cm de diâmetro e malha de 0,053 (nº 270), colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000ml ou um cilindro de sedimentação (Koettgen ou outro). Lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias.

Completar o volume do cilindro até o aferimento, com o auxílio de uma pisseta.

- Agitar a suspensão durante 20 segundos com um bastão, tendo este, na sua extremidade inferior, uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta. Marcar o tempo após concluir a agitação.

- Preparar a prova em branco, colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000ml contendo água. Completar o volume, agitar durante 20 segundos e marcar o tempo. Medir a temperatura da prova em branco e da amostra e verificar na Tabela 2 o tempo de sedimentação da fração argila para 5cm de profundidade. Calculado o tempo, introduzir uma pipeta de 50ml, colocada em pipetador automático de borracha, até a profundidade de 5cm, e coletar a suspensão.

- Transferir para cápsula de porcelana, ou bécher numerado e de peso conhecido, juntamente com a porção proveniente da lavagem da pipeta. Repetir esta operação para a prova em branco. Colocar a cápsula na estufa e deixar durante uma noite ou até evaporar completamente a suspensão. Retirar, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,0001g, concluindo, assim, a determinação da argila e do resíduo da prova em branco.

- Completar a lavagem da areia retida na peneira de 0,053mm com jato forte de água de torneira. Transferir a fração areia para lata de alumínio numerada e de peso conhecido, eliminar o excesso de água e colocar na estufa. Após secagem (3 a 5 horas), deixar esfriar e pesar, com aproximação de 0,05g, obtendo-se assim o peso da areia grossa + areia fina. Transferir essa fração para peneira de 20cm de diâmetro e malha 0,2mm (nº 70), colocada sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro, e proceder à separação da areia grossa.

- Transferir a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar.

- Colocar as duas frações de areia separadamente em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitadas).

12.1.2.2 Solos calcários

- Colocar 50g de solo em cápsula de porcelana e adicionar solução de ácido clorídrico a 10%, agitando a amostra com bastão de vidro.
- Suspende a adição do ácido quando já não se observar a efervescência, cobrir com vidro de relógio e deixar em repouso uma noite.
- Adicionar mais um pouco do ácido e verificar a ausência de efervescência.
- Transferir a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro.
- Lavar a amostra com água até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de cloretos pelo nitrato de prata.
- Colocar o papel de filtro com a amostra numa bandeja para secar ao ar.
- Homogeneizar a amostra e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.2.3 Solos calcários e com sais solúveis

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

12.1.2.4 Solos salinos

Proceder da mesma forma indicada para solos normais, empregando-se o hexametáfosfato de sódio.

Observação:

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

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

- homogeneizar a amostra e depois pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.2.5 Solos ricos em matéria orgânica (teor >5%)

Empregar a mesma metodologia indicada para solos normais, com hidróxido de sódio na amostra depois de tratada com água oxigenada, segundo técnica descrita a seguir:

- Colocar 50g de solo em cápsula de porcelana, adicionar um pouco de água e porções sucessivas de água oxigenada a 30 volumes (5 a 10ml).
- Agitar com bastão de vidro e verificar a reação efervescente.
- Suspender a adição da água oxigenada, cobrir a cápsula com vidro de relógio e deixar em repouso durante uma noite.
- Repetir a operação até o total desaparecimento de reação.
- Colocar a cápsula para secar em estufa a 50°C - 60°C e depois adicionar uma última quantidade de água oxigenada (5ml).
- Passar a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro e lavar várias vezes com água (3 a 5 vezes).
- Secar a amostra ao ar, homogeneizar e pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

12.1.3 Cálculo

Calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

$$\text{teor de argila} = [\text{argila (g)} + \text{dispersante (g)}] - \text{dispersante (g)} \times 1.000$$

$$\text{teor de areia fina} = \text{areia fina (g)} \times 50$$

$$\text{teor de areia grossa} = [\text{areia fina (g)} + \text{areia grossa (g)}] - \text{areia fina} \times 50$$

$$\text{teor de silte} = 1.000 - [\text{argila (g)} + \text{areia fina (g)} + \text{areia grossa (g)}]$$

Calcular o tempo de sedimentação da argila (fração menor que 0,002mm de diâmetro), em suspensão aquosa, para uma profundidade de 5cm, a diversas temperaturas, de acordo com os dados constantes do quadro a seguir:

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

Observação:

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

12.1.4 Reagentes

Solução de NaOH N - pesar 40g do NaOH e dissolver em água destilada, completando o volume para 1 litro.

Solução de hexametáfosfato de sódio - pesar 35,7g do hexametáfosfato ou calgon, dissolver em água contida em balão de 1 litro, adicionar 7,94g do carbonato de sódio anidro e completar o volume.

Álcool a 60% - diluir 600ml de álcool etílico 98° GL em água até

completar 1 litro. Aferir a solução com um alcoômetro.

Água oxigenada a 30 volumes - obtida diretamente no comércio.

Solução de HCl a 10% - diluir 100ml de HCl concentrado em água e completar o volume para 1 litro.

12.1.5 Equipamento

Stirrer.

Estufa.

Dessecador.

Referências: Bergoglio (1959); Grohman (1976); Grohman & Raj (1974); Kilmer & Alexander (1949); Medina & Grohmann (1962); Oliveira (1966); Richards (1954); Tyner (1963).

12.2 Método do densímetro

12.2.1 Princípio

Baseia-se na sedimentação das partículas que compõem o solo. Após a adição de um dispersante químico, fixa-se um tempo único para a determinação da densidade da suspensão que admite-se ser a concentração total de argila. As frações grosseiras (areias fina e grossa) são separadas por tamisação e pesadas. O silte é obtido por diferença.

12.2.2 Procedimento

- Colocar 50g de solo em copo plástico. Adicionar 100ml de água e 25ml de solução de hidróxido de sódio N ou 25ml de solução de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio. Agitar com bastão e deixar o copo coberto em repouso durante a noite.
- Transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico com o auxílio de um jato de água, deixando o volume a ± 300 ml. Colocar o copo no agitador e proceder a agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos.
- Passar o conteúdo através de peneira de 20cm de diâmetro e malha de 0,053mm, colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000ml ou um cilindro de sedimentação. Lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais

ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias. Completar o volume da proveta até o aferimento.

- Agitar a suspensão durante 20 segundos com um bastão, tendo na sua extremidade inferior uma tampa de borracha contendo vários orifícios e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta. Marcar o tempo após concluir a agitação.

- Para a prova em branco, colocar o dispersante utilizado em proveta de 1ℓ no cilindro com água, completar o volume, agitar durante 20 segundos e marcar o tempo. Após 90 minutos de sedimentação, transferir o volume da suspensão (primeiros centímetros abaixo do traço do aferimento) para copo plástico de 300ml. Pode ser feito por sifonamento, pela torneira do cilindro de Koettgen ou pelo tubo plástico do cilindro de sedimentação.

- Passar o conteúdo para proveta de 250ml e agitar. Introduzir o densímetro e efetuar a leitura com aproximação de 0,25. Se houver dificuldade na leitura do densímetro, colocar 2 a 3 gotas de fenolftaleína junto à haste deste. Proceder à leitura da prova em branco e anotar.

- Lavar a areia retida na peneira de 0,053mm com jato forte de água. Transferir a fração areia para a lata de alumínio numerada e de peso conhecido, eliminar o excesso de água e colocar na estufa. Após secagem (3 a 5 horas), esfriar e pesar com aproximação de 0,05g, obtendo-se assim o peso da areia grossa + areia fina. Passar essa fração para peneira de 13cm de diâmetro e malha de 0,2mm (nº 70), sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro e separar a areia grossa.

- Passar a areia fina para a mesma lata usada anteriormente e pesar.

- Colocar as duas frações de areia, separadas, em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitada).

12.2.3 Cálculo

Calcular os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

Teor de argila = (leitura densímetro + leitura da prova em branco) x 20

Teor de areia fina = areia fina (g) x 20

Teor de areia grossa = [areia fina (g) + areia grossa (g)] - areia fina (g) x 20

Teor de silte = 1000 - teor [argila (g) + areia fina (g) + areia grossa (g)]

Observação:

Esse método é indicado para solos que não apresentem problemas de dispersão com NaOH.

12.2.4 Reagentes

Hidróxido de sódio N - pesar 40g de NaOH e dissolver em água completando a 1ℓ.

Fenolftaleína - pesar 1g de fenolftaleína e dissolver em 100ml de álcool etílico.

12.2.5 Equipamento

Stirrer.

Densímetro.

Estufa.

Referências: EMBRAPA (1979); Forsythe (1975); Ranzani (1959); Vettori (1969); Vettori & Pierantoni (1968).

ARGILA DISPERSA EM ÁGUA

13.1 Princípio

O material em suspensão confere determinada densidade ao líquido. Decorrido o período para a coleta do material, se não tiver nenhuma partícula coloidal em suspensão, a argila estará 100% floculada.

13.2 Procedimento

- Colocar 50g de solo em copo plástico de 250ml.
- Adicionar 125ml de água, agitar com bastão de vidro, deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.
- Transferir o conteúdo para o copo metálico do agitador, proceder à agitação, passar o material através da peneira de 0,053mm, lavar as areias, completar o volume para 1.000ml, agitar a suspensão por 20 segundos, sifonar a suspensão após 90 minutos e efetuar a leitura do densímetro.
- Paralelamente, efetuar uma prova em branco e fazer a leitura do densímetro.
- Abandonar as areias.

13.3 Cálculo

$$\text{Teor de argila} = (a + b) \times 20$$

a = leitura da amostra

b = leitura da prova em branco

13.4 Equipamento

Stirrer.

Densímetro.

Referências: EMBRAPA (1979); Vettori (1969); Vettori & Pierantoni (1968).

GRAU DE FLOCULAÇÃO

14.1 Princípio

Relação entre a argila naturalmente dispersa e a argila total, obtida após dispersão. Indica a proporção da fração argila que se encontra floculada, informando sobre o grau de estabilidade dos agregados.

14.2 Cálculo

$$\text{Grau de floculação} = 100 (a - b) / a$$

a = argila total

b = argila dispersa em água

Referências: EMBRAPA (1979); Vettori (1969).

RELAÇÃO SILTE/ARGILA

15.1 Princípio

Obtida da determinação da análise granulométrica. É utilizada como indicativo do grau de intemperismo do solo e permite também avaliar se há movimentação de argila no perfil.

15.2 Cálculo

Calcular essa relação em função dos valores da argila total e do silte.

Teor de silte / Teor de argila

Referências: EMBRAPA (1979); Vettori (1969).

CONDUTIVIDADE HIDRÁULICA

16.1 Princípio

Velocidade com que a água se movimenta através do solo. Amostras saturadas são colocadas em permeâmetro de carga constante, e a medida quantitativa da condutividade hidráulica é obtida através da aplicação da equação de Darcy após 7 - 8 horas, ou quando os valores atingem a estabilidade.

16.2 Procedimento

- Cortar o bloco de solo contido em cilindro de alumínio ou PVC rente a borda do cilindro, com espátula. Colocar na extremidade inferior do cilindro um pedaço de tecido tipo morim retido por liga de borracha. Colocar na parte superior do cilindro um outro de igual diâmetro e espessura de 2cm de altura, ajustar e fixar com fita adesiva impermeável.
- Colocar o conjunto em cuba com água até a saturação do solo. Transferir o conjunto para o suporte do permeâmetro (ver Figura 1). O percolado é coletado em copos de 500ml.
- Colocados os cilindros sobre as telas, nivelar o tubo do reservatório, de modo que a parte inferior fique em nível com a boca do anel, para manter a carga hidráulica de 2cm de altura.
- Com o auxílio de uma pisseta, colocar água cuidadosamente.
- No primeiro cilindro, retirar a rolha, evitando entrada de ar no sistema.
- Observar e anotar o momento do início da percolação de cada cilindro.
- Medir com proveta o volume percolado após 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8 horas.

16.3 Cálculo

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

K = condutividade hidráulica em cm/h

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

L = altura do bloco do solo em cm

H = altura do bloco do solo e da coluna em cm

A = área do cilindro em cm²

t = tempo em horas

16.4 Equipamento

Permeâmetro (Figura 1).

Cilindro.

Referências: Fernandes et al. (1983); EMBRAPA (1979).

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO

17.1 Princípio

Quantidade máxima de água que pode reter o solo, ou seja, a razão entre o volume de água e o espaço poroso.

17.2 Procedimento

- Preparar o bloco de solo contido no cilindro, nivelando as duas superfícies e colocando na sua parte inferior, gaze presa com elástico.
- Colocar o cilindro com amostra em tampa de lata de alumínio numerada.
- Transferir para cuba plástica com altura superior a do cilindro, adicionar água, até que o nível desta fique bem próximo da borda do cilindro.
- Deixar durante a noite ou até que todas as amostras apresentem a sua superfície brilhante.
- Retirar rapidamente o cilindro, colocar na respectiva tampa e pesar. Ao lidar com várias amostras, manter o nível anterior, com água.
- Se usar a amostra para mais determinações, o cálculo da percentagem de saturação é feito após a obtenção do peso do bloco do solo a 105°C.
- Caso contrário, retirar a gaze e a borracha, colocar o cilindro com a amostra na tampa da lata correspondente e transferir para estufa a 105°C.
- Após 24, 48 e 72 horas, retirar da estufa, deixar esfriar ao ar e pesar.

17.3 Cálculo

$$\text{Volume de saturação (cm}^3\text{/cm}^3\text{)} = (a - b) / c$$

a = peso do bloco de solo saturado

b = peso do bloco seco a 105°C

c = volume do cilindro

17.4 Equipamento

Cilindro de alumínio ou de PVC.

Estufa.

Balança.

Referências: EMBRAPA (1979); Oliveira (1961); Uhland (1949).

PERCENTAGEM DE AGREGADOS

18.1 Método por via úmida

18.1.1 Princípio

Medir a quantidade e distribuição do tamanho dos agregados que são estáveis em água, relacionando-os com os que não desintegram pela tamisação.

18.1.2 Procedimento

- Coletar uma amostra representativa do solo nas condições de campo e deixar secar ao ar. Destorroar com as mãos cuidadosamente, quebrando os agregados maiores.
- Passar a amostra em peneira de 20cm de diâmetro com abertura de malha de 4mm e reter na de 2mm. Homogeneizar bem, pesar 50 gramas em triplicata e armazenar o restante.
- Colocar a primeira amostra em lata de alumínio de peso conhecido, levar para a estufa a 105°C por uma noite, esfriar em dessecador e pesar. O peso dessa amostra seca a 105°C será utilizado para o cálculo do teor de agregados.
- Colocar as outras duas amostras na parte superior de um conjunto de peneiras de 13cm de diâmetro, uma em cada jogo, sobre disco de papel de filtro na seguinte ordem: 2mm; 1 mm; 0,50mm e 0,25mm de abertura de malha.
- Ajustar o nível da água no recipiente, de modo que os agregados contidos na peneira superior sejam umedecidos por capilaridade. Deixar por 4 minutos, inclinar o papel de filtro e por meio de jatos de água deixar os agregados na peneira sem que os jatos os atinjam.
- Ligar o aparelho de oscilação vertical graduado para uma amplitude de 4 cm de altura e uma frequência de 32 oscilações por minuto.
- Agitar durante 4 minutos, retirar os suportes contendo os jogos de

peneiras e transferir cada fração retida para latas de alumínio numeradas e de peso conhecido, com água.

- Eliminar o excesso de água e colocar em estufa a 105°C por uma noite. Retirar da estufa, esfriar em dessecador e pesar cada fração.

18.1.3 Cálculo

Calcular o teor de agregados retidos em cada peneira, expresso na seguinte ordem: 4-2mm; 2-1mm; 1-0,50mm; 0,50-0,25mm, pela expressão:

$$\text{Teor de agregados} = 1.000 (a / b)$$

a = peso do agregado a 105°C

b = peso da amostra seca a 105°C

$$\text{Teor de agregados} < 0,25 \text{ mm} = 1.000 - \text{soma dos teores de agregados}$$

18.1.4 Equipamento

Aparelho de oscilação vertical.

Estufa.

Referências: Paula (1981); Paula & Coelho (1982); Oliveira & Paula(1983).

18.2 Método por via seca

18.2.1 Princípio

Mede a quantidade e distribuição dos agregados estáveis à agitação mecânica a seco. O jogo de peneiras é submetido a movimentos rotatórios com vibração e, se a estabilidade é total, não passará nenhuma partícula para as peneiras inferiores.

18.2.2 Procedimento

- Pesar 100g da amostra preparada (seca ao ar e passadas em peneira de 4mm de malha e retida na de 2mm).
- Colocar na parte superior de um jogo de peneiras de 2 - 1 - 0,5 - 0,25mm de malha e de 20cm de diâmetro.
- Ligar o agitador e deixar por 15 minutos.
- Retirar o conjunto e transferir os agregados retidos em cada peneira para latas de alumínio numeradas e de peso conhecido.
- Colocar na estufa e determinar o peso a 105°C.
- Em outra amostra de 100g determinar o seu peso a 105°C para utilização no cálculo do teor de agregados.

18.2.3 Cálculo

$$\text{Teor de agregados} = 1.000 (a / b)$$

a = peso dos agregados secos a 105°C

b = peso da amostra seca a 105°C

18.2.4 Equipamento

Peneiras.

Agitador mecânico.

Estufa.

Balança.

Referências: EMBRAPA (1979); Oliveira & Paula (1973).

LIMITE DE LIQUIDEZ

19.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo referente à mudança do estado líquido para o estado plástico, utilizando-se a energia de resistência ao cisalhamento.

19.2 Procedimento

- Colocar aproximadamente 100g de solo em cápsula de porcelana.
- Adicionar água, e com a espátula formar uma massa homogênea.
- Espalhar \pm 30ml desta massa na cápsula metálica do aparelho de Casagrande, de modo que a parte central tenha 1cm de espessura.
- Cortar a massa de solo na sua parte central com o cortador próprio do aparelho, à semelhança da figura 2.
- Girar a manivela do aparelho numa velocidade constante de 2 rotações por segundo. Anotar o número de pancadas quando a ranhura central se fechar à espessura de 1cm.
- Misturar bem a massa de solo contida na cápsula metálica e repetir a operação anterior. Se o número de pancadas for > 18 e < 32 , pode-se retirar a amostra e calcular o teor de umidade.
- Coletar uma pequena amostra, de preferência próxima da ranhura, colocar em lata de alumínio, pesar, colocar em estufa e determinar a percentagem de umidade retida.
- Para cada determinação, em número de 3 a 5, registrar o número de pancadas correspondentes e o teor de umidade expresso em percentagem de solo seco a 105°C.

- O limite de liquidez é representado pelo valor da percentagem de umidade retida pela amostra, correspondente a 25 pancadas.

Observação:

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

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

W_N = percentagem de umidade correspondente a N pancadas.

N = o número de pancadas da determinação

A Tabela 1 apresenta o cálculo do fator de correção para 25 pancadas, calculadas em função da equação já referida.

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

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

19.3 Cálculo

$$\text{Umidade} = 100 \times \frac{(a - b)}{b}$$

a = peso da amostra úmida

b = peso da amostra seca a 105°C

19.4 Equipamento

Aparelho de Casagrande (Figura 2).

Cinzel curvo.

Cinzel chato.

Latas de alumínio de 5cm de diâmetro com tampa.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42mm) da ABNT.

Estufa.

Referências: Associação Brasileira de Normas Técnicas (1948); EMBRAPA (1979); Forsythe (1975); Gomes & Cabeda (1976); Pinto & Oliveira (1975); Sowers (1965).

LIMITE E ÍNDICE DE PLASTICIDADE

20.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo referente à mudança do estado plástico para o estado semi-sólido através de ensaio mecânico.

20.2 Procedimento

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

20.3 Cálculo

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

20.4 Equipamento

Latas de alumínio de 5cm de diâmetro com tampa.

Estufa.

Placa de vidro esmerilhada 30 x 30cm.

Bastão metálico inoxidável de 3mm x 10cm.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42mm) da ABNT.

Referências: ABNT (1948); EMBRAPA (1979); Forsythe (1975); Gomes & Cabeda (1976); Oliveira & Paula (1973); Sowers (1965).

LIMITE DE PEGAJOSIDADE

21.1 Princípio

Teor de umidade de um solo no momento em que a pasta saturada com água apresenta aderência máxima a uma superfície estranha, indicando que o solo se encontra no estado plástico.

21.2 Procedimento

- Colocar em cápsula de porcelana uma parte da massa de solo proveniente da determinação do limite de liquidez, ou pesar 50 a 100g de solo.
- Adicionar água pouco a pouco e, com o auxílio de espátula, formar uma massa uniforme.
- Com a espátula limpa e bem seca comprimir a sua face sobre a massa de solo, para testar a aderência.
- Se essa aderência não for conseguida, repetir a operação, adicionando mais água até que se note esse efeito.
- Uma vez atingido esse ponto, retirar uma pequena porção da massa de solo, colocar em lata de alumínio numerada, pesar e determinar o teor de umidade pela forma usual.
- Repetir esta operação 3 vezes ou mais.
- A determinação é considerada concluída quando os valores dos teores de umidade obtidos não difiram de 2%.
- O limite de pegajosidade é representado pela média das 3 ou mais determinações.

21.3 Equipamento

Espátula de aço inoxidável.

Estufa.

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Latas de alumínio de 5 cm de diâmetro com tampa.

Referências: EMBRAPA (1979); Forsythe (1975); Oliveira & Paula (1973); Sowers (1965).

LIMITE DE CONTRAÇÃO (LC) (Método do Mercúrio Metálico)

22.1 Princípio

Determinar o teor de umidade de um solo saturado com água, no instante em que esse solo parar de contrair-se, não obstante continue perdendo água.

22.2 Procedimento

- Pesquisar aproximadamente 50g da amostra passada em peneira de 0,42mm de malha (nº 40) e colocar em cápsula de porcelana de 100ml, ou utilizar a massa de solo proveniente da determinação do limite de liquidez.
- Adicionar água devagar, misturar bem a amostra até conseguir uma pasta homogênea saturada, fluída, sem apresentar inclusões de bolhas de ar.
- Determinar, previamente, o volume da cápsula metálica enchendo-a de mercúrio. Nivelar bem com placa de vidro contendo 3 pinos. Retirar a placa e medir o volume de mercúrio utilizado para encher a cápsula (Figura 3).
- Lubrificar as paredes da cápsula de contração com vaselina e adicionar a pasta saturada (1/3 do volume de cada vez). Bater várias vezes sobre uma superfície firme, coberta com lâmina de borracha ou papelão, de modo que a pasta se espalhe uniformemente e todo o ar seja eliminado. Completar a operação deixando a superfície da pasta plana.
- Colocar a cápsula para secar ao ar durante algumas horas até a pasta mudar de cor e transferir para estufa a 105°C, por uma noite.
- Retirar da estufa, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,01g.
- Determinar o volume da pastilha seca conforme segue: colocar a cuba de vidro dentro de uma cápsula de porcelana, enchendo-a completamente de mercúrio (Figura 3). Mergulhar a pastilha na cuba e, com a ajuda da placa de vidro de 3 pinos, nivelar o mercúrio. Medir em proveta de 25ml o mercúrio que foi deslocado e retido na cápsula de porcelana. Anotar o volume da

pastilha seca.

22.3 Cálculo

$$\text{Limite de contração} = \frac{(a/b \times \gamma_a) - 1}{c} \times 100$$

a = volume da pastilha seca

γ_a = densidade da água (g/cm³), à temperatura do ensaio

b = peso da pastilha seca

c = densidade real da amostra (ver método 8)

22.4 Equipamento

Cápsulas metálicas específicas (cápsulas de contração) (Figura 3).

Peneira de malhas quadradas nº 40 (# 0.42 mm) da ABNT.

Estufa com capacidade para 105°C.

Cuba de vidro para ensaio de contração.

Placa de vidro com três pinos para ensaio de contração.

Mercúrio metálico.

Referências: ABNT (1948); Brasil (1972).

GRAU DE CONTRAÇÃO (GC)

23.1 Princípio

Razão expressa em percentagem, da diferença entre os volumes inicial e final e o volume inicial do corpo de prova (pastilha), resultante do ensaio do limite de contração.

23.2 Cálculo

$$GC = \frac{a - b}{a} \times 100$$

a = volume inicial da pastilha

b = volume final da pastilha

Referências: ABNT (1948).

SUPERFÍCIE ESPECÍFICA (Método Simplificado)

24.1 Princípio

Baseia-se na retenção de líquidos polares. A quantidade de éter monoetílico do etileno glicol (EMEG), que está sendo evaporado, diminui quando não mais existe EMEG livre e somente resta aquele adsorvido, formando uma camada monomolecular. A quantidade de EMEG existente neste momento é proporcional à superfície do sólido. Nestas condições, a cada 0,000286g de EMEG corresponde uma camada monomolecular de um metro quadrado de argila.

24.2 Procedimento

- Pesar 0,8 a 1g de solo passado em peneira de 60 mesh. Colocar em lata de alumínio de peso conhecido, com aproximação de 0,0001g ou pesa-filtro com tampa esmerilhada.
- Espalhar a amostra, uniformemente, no fundo da lata ou pesa-filtro e deixar secar em estufa a 105°C durante uma noite.
- Retirar a lata ou pesa-filtro da estufa, fechar rapidamente, colocar em dessecador contendo cloreto de cálcio. Deixar esfriar e pesar em balança de precisão com aproximação de 0,0001g.
- Transferir a lata ou pesa-filtro para dessecador de 25cm de diâmetro e adicionar à amostra 1,2ml de EMEG. Deixar equilibrar por 15 minutos.
- Em capela, ligar a mangueira de vácuo com “trapp” no tubo do dissecador e abrir a torneira deste, aplicando a sucção durante 45 minutos. Deixar o dessecador à temperatura ambiente durante 6 horas.
- Após esse tempo, o vácuo retido é desfeito, tomando-se a precaução de sempre utilizar o “trapp” para esta operação, a fim de proporcionar a entrada de ar isento de umidade no dessecador (não é necessário pesar as amostras).
- Restabelecer o vácuo por mais 45 minutos, deixando em repouso

durante 6 horas ou por uma noite.

- Após esse intervalo, o vácuo retido é novamente desfeito, retirar a lata ou pesa-filtro, colocar a tampa e pesar a amostra o mais rapidamente possível, em balança de precisão com aproximação de 0,0001g.

- Recolocar a lata no dessecador e repetir as operações já descritas até que se atinja uma constância de peso, ou seja, quando a diferença entre duas pesagens de uma amostra não é superior a 0,2mg.

24.3 Cálculo

A superfície específica total (St) do solo é obtida pela seguinte expressão:

$$St \text{ (m}^2\text{/g)} = a / 0,000286 \times b$$

a = peso do EMEG retido pela amostra

b = peso da amostra seca em estufa a 105°C

24.4 Reagentes

Éter monoetílico do etileno glicol (EMEG).

Cloreto de cálcio.

24.5 Equipamento

Bomba de vácuo.

Estufa.

Trapp.

Dessecador.

Referências: Chihacek & Bremner (1979); EMBRAPA (1979); Heilman et al. (1965).

SEPARAÇÃO DE ARGILA E SILTE PARA ANÁLISES DE RAIOS X

25.1 Princípio

Velocidade de queda de partículas em meio viscoso sob ação da gravidade a uma dada densidade. As partículas grosseiras (areias) são separadas por tamização, enquanto argila e silte por tempo de sedimentação.

25.2 Procedimento

- Pesar 50g de solo e colocar em coqueteleira. Adicionar 300ml de água e 20ml de solução de NaOH N ou 20 ml de Calgon.
- Colocar a coqueteleira no agitador elétrico de alta rotação (stirrer), por 5 minutos. Deixar em repouso por uma noite. Agitar por 10 minutos.
- Passar o conteúdo através de peneira de 20cm de diâmetro e malha de 0,053mm. Lavar o material retido na peneira com água e completar o volume da proveta até o traço de aferimento.
- Agitar a suspensão durante 20 segundos, movimentando verticalmente um bastão, tendo na sua extremidade inferior um disco de acrílico de 5cm de diâmetro, contendo vários orifícios.
- Decorridas 24 horas, introduzir na proveta, a uma profundidade fixa de 20cm a partir do traço de referência, um tubo plástico de pequeno diâmetro, cheio de água, e sifonar a argila para cápsula de porcelana.
- Colocar a cápsula em estufa calibrada a 45°C, onde se processará a concentração da argila, em estado pastoso, ou secagem final.
- Descartar o resto da argila que ficou em suspensão na proveta e iniciar a operação de purificação do silte retido na proveta, lavando com água.
- Completar o volume a 1 litro, agitar e descartar a suspensão coloidal, após 45 minutos, até que, num intervalo de 20 minutos, todo o silte decante e não permaneça nenhum vestígio de argila na proveta.

- Transferir o silte para cápsula de porcelana, através de jatos de água, descartar o excesso de água e colocar para secar em estufa a 45°C.

25.3 Reagentes

Solução de NaOH N - pesar 40g de NaOH, dissolver em água e elevar a 1ℓ.

Solução de hexametáfosfato de sódio - dissolver 35,7g do hexametáfosfato em água, adicionar 7,94g do carbonato de sódio anidro e elevar a 1ℓ.

Referências: Antunes & Barreto (1982); Antunes et al. (1975); EMBRAPA (1979).

COEFICIENTE DE EXTENSIBILIDADE LINEAR (COLE)

26.1 Princípio

Determinar a taxa de expansão e contração do solo, através de uma amostra natural pelo método da resina SARAN.

26.2 Procedimento

- Amarrar uma alça fina de arame etiquetada em um torrão natural de 5 a 8cm de diâmetro. Mergulhar rapidamente o torrão em resina SARAN 1:4 e deixar secar por 10 a 30 minutos.
- Repetir esta operação em resina SARAN 1:7 e deixar secar.
- Cortar uma pequena fatia na parte inferior do torrão e abrir pequena janela na camada de SARAN no topo do mesmo. Colocar na face cortada um pedaço de tecido tipo morim, retido por um elástico.
- Colocar para saturar por capilaridade em uma cuba com água por 48 horas ou mais até que seja visto um espelhamento na superfície do torrão pela janela aberta.
- Após a saturação, colocar na “panela de pressão” em placa de cerâmica de 1 bar saturada e aplicar a tensão de 1/3 de bar. Atingido o equilíbrio, retirar o torrão da “panela”, impermeabilizar a face cortada (nua) com SARAN, obliterar a janela aberta com auxílio de um bastão de vidro embebido em solução de SARAN e pesar. Obtemos, assim, o peso do torrão úmido a 1/3 de bar.
- Colocar o torrão no suporte do prato da balança e mergulhar num bécher com água. Obtém-se o peso do torrão úmido a 1/3 de bar mergulhado em água.
- Retirar o torrão do suporte do prato da balança e colocar em estufa a 105°C por uma noite. Retirar da estufa, esfriar em dessecador e pesar.
- Colocar novamente o torrão no suporte do prato da balança e

proceder da mesma maneira como no item anterior. Assim, tem-se o peso do torrão impermeabilizado seco a 105°C, mergulhado em água.

26.3 Cálculos

$$V_u = (a - b)$$

a = peso do torrão úmido ao ar

b = peso do torrão úmido mergulhado em água

$$V_s = (a - b)$$

a = peso do torrão seco a 105°C

b = peso do torrão seco a 105°C mergulhado em água

$$COLE = [V_u / V_s]^{1/3} - 1$$

V_u = volume do torrão úmido a 1/3 de bar

V_s = volume do torrão seco a 105°C

ou

$$COLE = [D_s / D_u]^{1/3} - 1$$

onde

Ds = densidade do torrão seco a 105°C

Du = densidade do torrão úmido a 1/3 de bar

26.4 Reagente

Resina SARAN F. 310 - dissolver o SARAN em metil-etil-cetona, na proporção variável de 1:4 e 1:7.

26.5 Equipamento

Estufa.

Referências: Brasher et al. (1966); Franzmeyer & Ross (1968); Grossman et al. (1968); Palmieri (1986).

EXPRESSÃO DOS RESULTADOS ⁽¹⁾

Determinações	1ª edição (1979)	2ª edição (1997)	Precisão (casa decimal)
1 Preparo da amostra	-	-	-
2 Terra fina, calhaus e cascalho	g/100g	g/kg	0
3 Umidade atual	g/100g	g/100g	1
4 Umidade residual	g/100g	g/100g	3
5 Umidade obtida no aparelho extrator de Richards	g/100g	MPa	1
6 Umidades obtidas com a mesa de tensão (0,01 e 0,06)	g/100g	MPa	1
7 Densidade aparente	g/cm ³	g/cm ³	2
8 Densidade de partículas	g/cm ³	g/cm ³	2
9 Porosidade total	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	0
10 Microporosidade	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	0
11 Macroporosidade	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	cm ³ /100 cm ³ ⁽²⁾	0
12 Análise granulométrica <ul style="list-style-type: none"> • areia grossa (2 - 0,2 mm) • areia fina (0,2 - 0,05 mm) • silte (0,05 - 0,002 mm) • argila total (< 0,002 mm) 	g/100g g/100g g/100g g/100g	g/kg g/kg g/kg g/kg	0 0 0 0
13 Argila dispersa em água	g/100g	g/kg	0
14 Grau de floculação	g/100g ⁽³⁾	g/100g ⁽³⁾	0

15 Relação silte / argila	-	-	2
16 Condutividade hidráulica	mm/h ou cm/h	mm/h ou cm/h	3
17 Percentagem de saturação	g/100 cm ³	g/100 cm ³	0
18 Percentagem de agregados	g/100g agreg. ⁽⁴⁾	g/kg agreg. ⁽⁴⁾	1
19 Limite de liquidez	g/100g	g/100g	0
20 Limite e índice de plasticidade	g/100g	g/100g	0
21 Limite de pegajosidade	g/100g	g/100g	0
22 Limite de contração	g/100g	g/100g	0
23 Grau de contração	g/100g	g/100g	0
24 Superfície específica	m ² /g	m ² /g	1
25 Separação de argila e silte para análise de raios-x	-	-	-
26 Coeficiente de extensibilidade linear (COLE)	-	-	3

⁽¹⁾ os resultados são expressos na terra fina seca em estufa (105°C).

⁽²⁾ volume de poros cm³/100 cm³ da amostra volumétrica.

⁽³⁾ teor de argila dispersa em água em relação à quantidade de argila total.

⁽⁴⁾ agregados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANTUNES, F. dos S.; BARRETO, W. de O. **Contribuição ao estudo químico e mineralógico das frações silte e argila de Latossolos desenvolvidos de rochas básicas do sul de Mato Grosso**. Rio de Janeiro: IME, 1982. 13 p.
- ANTUNES, F. dos S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (ki) dos solos**. Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).
- ARCHER, J.R.; SMITH, P.D. The relation between bulk density, available water capacity and air capacity for soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.23, p.475-480, 1972.
- ARENA, A. **La porosidad de los terrones de suelo**. Buenos Aires: Comisión Nacional de Cultura, 1945. pt.1.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Normas brasileiras**. Rio de Janeiro, 1948. 378p.
- BERGOGLIO, H. Nota prévia sobre o efeito da destruição da matéria orgânica na análise mecânica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.68-69.
- BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2v. (Agronomy, 9).
- BRASHER, B.R.; FRANZMEIER, D.P.; VALASSIS, V.; DAVIDSON, S.E. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk-density and water-retention measurements. **Soil Science**, Baltimore, v.101, p.108, 1966.
- BRASIL. Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. Divisão de Pesquisa e Normas Técnicas. **Métodos de ensaio**. 4. ed. Rio de Janeiro, 1972. 206p.
- BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agrônomicas. Instituto de Química Agrícola. **Método de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. (IQA. Boletim, 11).

- CHIHACEK, L.J.; BREMNER, J.M. A simplifield ethylene glycol monoethyl ether procedure for assessment of soil surface area. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.43, n.4, p.821-822, 1979.
- DONAHUE, R.L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151p.
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 1v.
- FERNANDES, B.; GALLOWAY, H.M.; BRONSON, R.D.; MANNERING, J.V. Condutividade hidráulica do solo saturado em três sistemas de manejo. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 30, n. 169, p. 232-241, 1983.
- FERNANDES, B.; SYKES, I.D. Capacidade de campo e retenção de água em três solos de Minas Gerais. **Revista Ceres**, Viçosa, v.15, n.18, p.1-39, 1968.
- FORSYTHE, W. **Física de suelos**: manual de laboratório. Turrialba: IICA, 1975. 221p.
- FRANZMEYER, D.P.; ROSS, S.J. Soil swelling: laboratory measurement and relation to other soil properties. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n. 4, p. 573-577, 1968.
- FRANZMEYER, D.P.; STEINHARDT, G.C.; CRUM, J.R.; NORTON, L.D. **Soil characterization in Indiana**: 1. Field and laboratory procedures. West Lafayette: Purdue University, 1977. 31p. (Research Bulletin, 943).
- GOMES, A.S.; CABEDA, M.S.V. Consistência de solos argilosos-escuros do Rio Grande do Sul e sua importância agrônômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.31-34.
- GROHMANN, F. A vibração ultrassônica na dispersão de latossolos argilosos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais**. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.27-29.
- GROHMANN, F.; RAIJ, B. van. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p.123-132.

- GROSSMAN, R.B.; BRASHER, B.R.; FRANZMEIER, D.P.; WALKER, J.L. Linear extensibility as calculated from natural-cold bulk density measurements. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 32, n.4, p. 570-571, 1968.
- HAISE, H.R.; HAAS, H.J.; JENSEN, L.R. Soil moisture studies of some great plains soils: 1. Field capacity as related to 1/3 atmosphere percentage, and "Minimum Point as related to 15 and 26 atmosphere percentages. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.19, p.20-25, 1955.
- HEILMAN, M.F.; CARTER, D.L.; GONZALEZ, C.L. The ethylene glycol monoethyl ether (EGME) technique for determining soil surface area. **Soil Science**, Baltimore, v.100, p.409-413, 1965.
- KILMER, V.J.; ALEXANDER, L.T. Methods of making mechanical analysis of soils. **Soil Science**, Baltimore, v.68, p.15-24, 1949.
- LEAMER, R.W.; SHAW, B. A simple apparatus for measuring moncapillary porosity in extensive scale. **Journal of the American Society of Agronomy**, Washington, v.33, p.1003-1008, 1941.
- MEDINA, H.P.; GROHMANN, F. Contribuição ao estudo de análise granulométrica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 6., 1957, Salvador. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1962. p.29-38.
- MILLER, W. F. Volume changes in bulk density samples. **Soil Science**, Baltimore, v.100, p.300-304, 1966.
- OLIVEIRA L.B. de. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste. Solos normais, calcários com sais solúveis e salinos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.1, p.7-15, 1966.
- OLIVEIRA L.B. de. **Coefficiente de permeabilidade de dois tipos de solo (aluvial) da Estação Experimental do Curado**. Recife: Instituto Agronômico do Nordeste, 1961. 32p. (IAN. Boletim Técnico, 16).
- OLIVEIRA, L.B. de. Determinação da macro e microporosidade pela mesa de tensão em amostras de solo com estrutura indeformada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.3, p.197-200, 1968.
- OLIVEIRA, L.B. de.; DANTAS, H.S.; CAMPELO, A.B.; GALVÃO, S.J.; GOMES, I.F. Caracterização de adensamento no subsolo de uma área de Tabuleiro da Estação Experimental do Curado, Recife. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.3, p.207-214, 1968.

- OLIVEIRA, L.B. de.; MARTINS, A.M.C.M. Considerações sobre a umidade a 15 atmosferas e a umidade de murchamento (método fisiológico), em solos do Nordeste. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.1, p.91-95, 1966.
- OLIVEIRA, L.B. de.; PAULA, J.L. de. **Contribuição da física de solo aos estudos sobre manejo e conservação do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1983. 23p. (EMBRAPA-SNLCS. Documentos, 6).
- OLIVEIRA, L.B. de.; PAULA, J.L. de. **Notas de aulas: curso pós-graduação em biodinâmica e produtividade do solo**. Santa Maria: UFSM, 1973. Mimeografado.
- PAIVA NETTO, J.E.; JORGE, W. de. Estudo preliminar do sistema água-solo-planta no Estado de São Paulo. In. CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.59-79.
- PALMIERI, F. **A study of a climo sequence of soils derived from volcanic rock parent material in Santa Catarina and Rio Grande do Sul States, Brasil**. West Lafayette: Purdue University, 1986. 258p. Ph.D. Thesis.
- PAULA, J.L. de. **Estabilidade de agregados em solos salinos e sódicos do Estado do Ceará**. Fortaleza: UFCE, 1981. 66p. Dissertação Mestrado.
- PAULA, J.L. de; COELHO, M.A. Método para determinação da estabilidade de agregados em solos sódicos e salino-sódicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.6, n.3, p.155-160, 1982.
- PAULA, J.L. de.; OLIVEIRA, L.B. de. **Umidade a 1/10 de atmosfera na terra fina pelos métodos da "panela de pressão" e "mesa de tensão"**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1984. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa, 33).
- PIERANTONI, H. Correlações entre argila e constantes hídricas em latossolos do sul de Mato Grosso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 13., 1971, Vitória. **Resumos**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1973. p.22.
- PINTO, S.; OLIVEIRA, O.V. de. **Método rápido para a determinação do limite de liquidez ajustado a solos brasileiros**. Rio de Janeiro: IPF, 1975. 16p. (Publicação, 165).

- RANZANI, G. Análise mecânica de solos pelo método de Bouyoucos modificado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.18-31.
- RICHARDS, L.A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160p. (USDA Agriculture Handbook, 60).
- RICHARDS, L.A. A pressure membrane extraction apparatus for soil solution. **Soil Science**, Baltimore, v.51, p.377-386, 1941.
- RICHARDS, L.A.; WEAVER, L.R. Fifteen atmosphere percentage as related to the permanent wilting percentage. **Soil Science**, Baltimore, v.56, p.331-339, 1943.
- RIGHES, A.A.; VEIGA, C.L. Capacidade de campo e retenção de água no solo a baixas tensões com estrutura deformada e não deformada. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE IRRIGAÇÃO E DRENAGEM, 3., 1975, Fortaleza. **Anais**. Fortaleza: Ministério do Interior/ABID/ DNOCS, 1976.
- RIGHES, A.A.; VEIGA, C.L.; POHLMAN, G.G. Laboratory percolation through undisturbed soil sample in relation to pore-size distribution. **Soil Science**, Baltimore, v.57, p.197-213, 1944.
- SOWERS, G.F. Consistency. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.391-399. (Agronomy, 9).
- TYNER, E.H. The use of sodium metaphosphate for mechanical analysis of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.4, p.106-113, 1963.
- UHLAND, R.E. Physical properties of soils as modified by crops and management. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.14, p.361-366, 1949.
- UHLAND, R.E. Rapid method for determining soil moisture. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.15, p.391-393, 1951.
- VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1969. 34p. (Boletim Técnico, 7).
- VETTORI, L.; PIERANTONI, H. **Análise granulométrica**: novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro: Escritório de Pedologia e Fertilidade de Solos, 1968. 8p. (Boletim Técnico, 3).

VOMOCIL, J.A. Porosity. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**.
Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 1, p.299-314.
(Agronomy, 9).

Parte II

Análises Químicas

pH **(H₂O, KCl e CaCl₂)**

1.1 Princípio

Medição do potencial eletronicamente por meio de eletrodo combinado imerso em suspensão solo:líquido (água, KCl ou CaCl₂), 1:2,5

1.2 Procedimento

- Colocar 10ml de solo em copo plástico de 100ml numerado.
- Adicionar 25ml de líquido (água, KCl 1N ou CaCl₂ 0,01 M).
- Agitar a amostra com bastão de vidro individual e deixar em repouso uma hora.
- Agitar cada amostra com bastão de vidro, mergulhar os eletrodos na suspensão homogeneizada e proceder a leitura do pH.

1.3 Reagentes

Solução de KCl 1N - dissolver 74,5g de KCl em água e elevar a 1ℓ.

Solução padrão de CaCl₂ M - pesar 147g de CaCl₂ 2H₂O para 1ℓ de solução. Agitar, deixar esfriar e completar o volume.

Solução de CaCl₂ 0,01 M - diluir 10ml do padrão para cada litro de solução. Medir a C.E. desta solução, que deve ser da ordem de 2,3mS/cm.

Soluções padrão pH 4,00 e pH 7,00 - diluir ampolas padrão.

1.4 Equipamento

Potenciômetro com eletrodo combinado.

Observação:

Ligar o potenciômetro 30 minutos antes de começar a ser usado.

Aferir o potenciômetro com as soluções padrão pH 4,00 e pH 7,00.

Trabalhando em série, não é necessário lavar os eletrodos entre uma e outra amostra, mas é indispensável antes e depois de aferir o aparelho com as soluções padrão. Para horizonte sulfúrico ou material sulfídrico (Solo Tiomórfico) usar a suspensão, solo:água 1:1.

Referências: EMBRAPA (1979); Fassbender (1975); Jackson (1958); Peech (1965); Schofield & Taylor (1955); Vettori (1969).

CARBONO ORGÂNICO

2.1 Princípio

Oxidação da matéria orgânica via úmida com dicromato de potássio em meio sulfúrico, empregando-se como fonte de energia o calor desprendido do ácido sulfúrico e/ou aquecimento. O excesso de dicromato após a oxidação é titulado com solução padrão de sulfato ferroso amoniacal (sal de Mohr).

2.2 Procedimento

- Tomar aproximadamente 20g de solo, triturar em gral e passar em peneira de 80 mesh.
- Pesar 0,5g do solo triturado e colocar em erlenmeyer de 250ml.
- Adicionar 10ml (pipetados) da solução de dicromato de potássio 0,4N. Incluir um branco com 10ml da solução de dicromato de potássio e anotar o volume de sulfato ferroso amoniacal gasto.
- Colocar um tubo de ensaio de 25mm de diâmetro e 250mm de altura cheio de água na boca do erlenmeyer, funcionando este como condensador.
- Aquecer em placa elétrica até a fervura branda, durante 5 minutos.
- Deixar esfriar e juntar 80ml de água destilada, medida com proveta, 2ml de ácido ortofosfórico e 3 gotas do indicador difenilamina.
- Titular com solução de sulfato ferroso amoniacal 0,1N até que a cor azul desapareça, cedendo lugar à verde.
- Anotar o número de mililitros gastos.

2.3 Cálculo

$$C \text{ (g/kg)} = (40 - \text{volume gasto}) \times f \times 0,6$$

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

A percentagem de matéria orgânica é calculada multiplicando-se o resultado do carbono orgânico por 1,724. Este fator é utilizado em virtude de se admitir que, na composição média do húmus, o carbono participa com 58%.

$$\text{Matéria orgânica (g/kg)} = C \text{ (g/kg)} \times 1,724$$

Observação:

Para teores > que 2% de carbono, pipetar quantidades crescentes de dicromato de potássio : 20, 30, 40, ou 50ml até que a coloração da solução permaneça amarela, sem traços de verde. Proceder à fervura e, após esfriar, diluir a solução de 1:5, ou seja, para volumes de 100, 150, 200 e 250 respectivamente. Pipetar 50ml, diluir com água e titular com sulfato ferroso; aplicar a expressão indicada para o cálculo do carbono, uma vez que a alíquota corresponde a 10ml da solução de dicromato de potássio.

Para as amostras em que os 50ml da solução de dicromato de potássio são insuficientes para oxidar toda matéria orgânica, usar 0,25g de solo.

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

2.4 Reagentes

Solução de $K_2Cr_2O_7$, 0.4 N em meio ácido - dissolver 39,22g de $K_2Cr_2O_7$ p.a. (previamente seco em estufa a 130°C por uma hora), em 500 ml de água contida em balão aferido de 2ℓ. Juntar uma mistura, já fria, de 1.000ml de ácido sulfúrico concentrado e 500ml de água. Agitar bem para dissolver todo o sal, esfriar e completar o volume do balão com água.

Solução de sulfato ferroso amoniacal 0,1 N - dissolver 40g de Fe (NH₄)₂ (SO₄)₂.6H₂O cristalizado, (sal de Mohr), em 500ml de água contendo 10ml de ácido sulfúrico concentrado. Agitar e completar para 1ℓ.

Difenilamina (indicador) - pesar 1g de difenilamina e dissolver em 100ml de ácido sulfúrico concentrado.

Sulfato de prata (catalisador) - utilizar o sal puro (Ag₂SO₄).

Ácido ortofosfórico (H₃PO₄) concentrado (85%) p.a. - usar concentrado.

2.5 Equipamento

Bureta digital.

Agitador magnético.

Referências: Brasil (1949); Donahue (1952); EMBRAPA (1979); Frattini & Kalckman (1967); Jackson (1958); Schollenberger (1927, 1945); Verdade (1956); Vettori (1969); Walkley (1934, 1946).

NITROGÊNIO TOTAL

3.1 Princípio

O nitrogênio em solos tropicais está praticamente ligado à matéria orgânica. Neste método, o N é convertido em sulfato de amônio através de oxidação com uma mistura de CuSO_4 , H_2SO_4 e Na_2SO_4 ou K_2SO_4 (mineralização).

Posteriormente em meio alcalino, o sulfato de amônio convertido da matéria orgânica libera amônia que, em câmara de difusão, é complexada em solução de ácido bórico contendo indicador misto, sendo finalmente determinado por acidimetria (H_2SO_4 ou HCl).

Duas técnicas são descritas considerando o mesmo princípio:

Kjeldahl por câmara de difusão;

Kjeldahl por destilação a vapor.

3.2 Procedimento

3.2.1 Kjeldahl por câmara de difusão.

- Pesar 0,7g de solo, colocar em balão kjeldahl de 100ml, pesado com aproximação de 0,001g.
- Adicionar 15ml de mistura ácida de sulfatos e proceder a digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica.
- Deixar esfriar, juntar 25ml de água, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico.
- Juntar, gradativamente, solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-claro (início da formação dos compostos básicos de ferro).

- Deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35g e misturar bem a solução.
- Preparar a câmara de difusão, colocando sobre a balança o pesa-filtro e adicionar, com auxílio de pipeta, 12g da solução parcialmente neutralizada (correspondente a 140mg de solo).
- Colocar 2,5ml da solução de ácido bórico e 4 gotas do indicador misto no recipiente plástico, e este em um tripé de porcelana sobre a câmara de difusão.
- Adicionar ao líquido contido na câmara proveniente do ataque, 2ml da solução de NaOH 30% e fechar imediatamente. Colocar vaselina na tampa da câmara para evitar perdas de amônia formada pela reação .
- Agitar ligeiramente a solução através de movimentos circulares e deixar em repouso durante uma noite.
- Abrir a câmara, retirar o recipiente de plástico contendo o ácido bórico e transferir para bécher de 100ml, lavando com mais ou menos 10ml de água.
- Titular com solução de H_2SO_4 ou HCl 0,01 N até a mudança da coloração roxa para rósea.
- Utilizar uma prova em branco e calcular a quantidade de N na amostra.

3.2.2 Kjeldahl por destilação a vapor

- Pesar 0,7g de solo, colocar em balão kjeldahl de 100ml, pesado com aproximação de 0,001g.
- Adicionar 15ml da mistura ácida de sulfatos e proceder a digestão, fervendo o conteúdo durante 1 hora ou mais, até completa destruição da matéria orgânica.
- Deixar esfriar, juntar 25ml de água, agitar para homogeneizar e adicionar 2 gotas de solução xaroposa de cloreto férrico.
- Juntar, gradativamente, solução de NaOH a 30% até que a solução apresente coloração castanho-claro (início da formação dos compostos básicos de ferro).
- Deixar esfriar, colocar o balão na balança, adicionar água até se obter o peso do balão mais 60,35g e misturar bem a solução.

- Transferir 12g (10ml) da solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) para microdestilador kjeldahl.
- Paralelamente, colocar 25ml de solução de ácido bórico a 4% em erlenmeyer de 125ml, adicionando a esta solução 5 gotas do indicador misto.
- Inserir a extremidade livre do destilador na solução, tendo o cuidado de mantê-la sempre imersa até o final da destilação.
- Adicionar à solução parcialmente neutralizada (extrato oriundo da mineralização do N) 2ml de soda 30% e proceder a destilação da amônia, a vapor, durante 5 minutos.
- Titular o volume destilado, depois de frio, com solução padronizada de H₂SO₄ 0,01 N, até a mudança da cor roxa ou azulada para rósea.
- Finalmente, proceder à prova em branco.

3.3 Cálculo

$$N \text{ (g / kg)} = a - b$$

a = ml de ácido 0,01 N na amostra

b = ml de ácido da prova em branco.

Observação:

A câmara de difusão é constituída de pesa-filtro de forma baixa, medindo 80 x 30mm, com tampa esmerilhada. O recipiente plástico é formado de tampa de polietileno de 30mm de diâmetro.

Para fins de levantamento de solos, esse resultado é representado como nitrogênio total; entretanto, essa determinação é considerada como nitrogênio orgânico e amoniacal.

3.4 Reagentes

Solução ácida de sulfatos de sódio e de cobre - pesar 180g de Na₂SO₄ e dissolver em aproximadamente 1 litro de água contida em balão aferido de 2 litros. Adicionar 18g de CuSO₄ 5H₂O e, em seguida, 600ml de H₂SO₄ concentrado; deixar esfriar e completar o volume.

Solução de hidróxido de sódio a 30% - pesar 300g de NaOH, dissolver em água e completar o volume para 1 litro.

Indicador misto. (verde de bromocresol + vermelho de metila) - dissolver 0,1g de verde de bromocresol e 0,02g de vermelho de metila em álcool etílico e completar o volume para 100ml.

Ácido sulfúrico ou clorídrico 0,01N - preparar a partir da solução N ou 0,1N.

Ácido bórico - pesar 40g do ácido, dissolver em água e elevar a 1 litro.

3.5 Equipamento

Digestor - tubos de digestão kjeldahl em bloco de aquecimento.

Bureta digital.

Referências: Bataglia et al. (1983); Bremner (1960); Cattani & Kupper (1946); EMBRAPA (1979); Richards (1960); Vettori (1969).

CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIOS (CTC) E BASES TROCÁVEIS

4.1 Princípio

A CTC do solo é definida como sendo a soma total dos cátions que o solo pode reter na superfície coloidal prontamente disponível à assimilação pelas plantas. Estes cátions adsorvidos são removidos por soluções salinas de amônio, cálcio, bário e soluções de ácidos diluídas e posteriormente determinados por métodos volumétricos, de emissão ou absorção atômica.

4.2 Procedimento

Quatro técnicas de extração são descritas sucessivamente.

4.2.1 Método do KCl N

4.2.1.1 Extração

- Pesar 7,5g de solo, colocar em erlenmeyer de 250ml e adicionar 150ml de solução de KCl N.
- Fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir essa operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar para erlenmeyer de 200ml duas alíquotas de 50ml da parte sobrenadante da solução, para determinação do alumínio extraível, cálcio + magnésio e cálcio trocáveis.

Observação:

Foi preferido um único extrator para cálcio, magnésio e alumínio, a fim de tornar mais verdadeira a relação entre Al^{+++} e $(S + Al^{+++})$, uma vez que a soma das bases é, na sua maior parte, composta de Ca^{++} e Mg^{++} .

A pequena solubilidade dos carbonatos alcalino-terrosos no KCl N, possibilita seu emprego em solos com calcário.

4.2.1.2 Reagente

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

Referências: EMBRAPA (1979); McLean et al. (1958); Vettori (1969).

4.2.2 Método do HCl 0,05 N**4.2.2.1 Extração**

- Pesar 10g de solo, colocar em erlenmeyer de 200ml e adicionar 100ml da solução de ácido clorídrico 0,05 N.
- Fechar com rolha de borracha e agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha; repetir esta operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do fundo do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Filtrar e, no filtrado, determinar o sódio e o potássio em fotômetro de chama, diretamente ou em alíquotas diluídas conforme os teores de Na^+ e K^+ existentes na amostra.

4.2.2.2 Reagente

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

Referências: EMBRAPA (1979); Vettori (1969).

4.2.3 Método do acetato de cálcio a pH 7,0

4.2.3.1 Extração

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

4.2.3.2 Reagente

Solução de acetato de cálcio N a pH 7,0 - pesar 80g do sal para preparar 1ℓ de solução, dissolvendo em água. Aferir com o potenciômetro para pH 7,0 a 7,1, empregando ácido acético glacial ou hidróxido de cálcio.

Referências: EMBRAPA (1979); Vettori (1969); Shaw (1949); Shaw & McIntire (1951).

4.2.4 Método do acetato de amônio a pH 7,0

4.2.4.1 Extração

- Pesar 12,5g de solo, colocar em erlenmeyer de 250ml e adicionar 125 ml da solução de acetato de amônio a pH 7,0.
- Fechar com rolha de borracha, agitar com movimentos circulares, evitando molhar a rolha e repetir essa operação várias vezes ao dia.
- Depois da última agitação, desfazer o montículo que se forma na parte central do erlenmeyer e deixar em repouso durante uma noite.
- Pipetar 100ml do líquido sobrenadante e passar para depósito de plástico com tampa, de onde são tiradas as alíquotas para determinação dos íons trocáveis.

Observação:

O Na^+ e o K^+ são determinados pelo fotômetro de chama e o Ca^{++} e Mg^{++} pelo EDTA ou espectrometria de absorção atômica.

4.2.4.2 Reagentes

Solução de acetato de amônio N pH 7,0 - transferir 116ml de ácido acético glacial para um bécher de 3 litros contendo aproximadamente 1.600ml de água. Adicionar 140ml de hidróxido de amônio concentrado, preferivelmente por meio de funil de haste longa que mergulha na solução, para evitar a evaporação do hidróxido de amônio. Agitar e adicionar água até próximo dos 2 litros. Levar a solução para um potenciômetro e ajustar, adicionando ácido acético ou hidróxido de amônio, o pH até 7,0. Passar para um balão aferido de 2 litros e completar o volume.

Referências: Black (1965); Dantas (1961); Juo et al. (1976); Juo (1978); Estados Unidos (1992); Verdade (1956).

4.3 Determinação**4.3.1 Alumínio trocável****4.3.1.1 Princípio**

Extração com solução KCl N e determinação volumétrica com solução diluída de NaOH.

4.3.1.2 Procedimento

Em uma das duas alíquotas de 50ml obtidas na extração com KCl N, adicionar 3 gotas do indicador azul de bromotimol e titular com solução de NaOH 0,025 N, até a coloração verde-azulada persistente.

Observação:

O KCl, por ser um sal derivado de ácido e base fortes, dispensa a prova em branco sistemática. O sal sendo de boa procedência, deverá virar o azul de bromotimol após a adição da primeira gota de NaOH. O $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ são determinados na alíquota após a determinação de Al^{+++} .

No caso de solos ricos em matéria orgânica a determinação espectrofotométrica por absorção atômica é mais indicada, visto que os íons hidrogênio dissociados durante a extração com KCl são também dosados no método volumétrico.

O alumínio pode ser determinado colorimetricamente de acordo com o procedimento descrito no Manual de Métodos de Análise de Solo de 1979, item 2.8.

4.3.1.3 Cálculo

$$\text{Al trocável (cmol}_c\text{/kg)} = \text{ml NaOH}$$

4.3.1.4 Reagentes

Indicador azul de bromotimol - pesar 0,1g do indicador, colocar em gral de quartzo e adicionar 1,6ml de NaOH 0,1 N. Triturar até a dissolução completa. Caso a cor verde desapareça, adicionar algumas gotas de NaOH. Passar o resíduo para balão de 100ml e completar o volume com água.

Solução de NaOH 0,025 N - pipetar 25ml da solução normal de NaOH para balão aferido de 1 litro, completando o volume com água.

4.3.1.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Referências: EMBRAPA (1979); Kamprath (1970); Kaster & Poetsch (1953); Lin & Coleman (1965); Lopes (1959); McLean et al. (1958); Olmos Iturri Larach & Camargo (1976).

4.3.2 Cálcio e magnésio trocáveis

4.3.2.1 Princípio

Extração com solução KCl N e determinação complexiométrica em presença dos indicadores eriochrome e murexida ou calcon.

4.3.2.2 Procedimento

- No erlenmeyer onde foi feita a titulação do Al^{+++} trocável, adicionar 1 gota de água de bromo para destruir o azul de bromotimol .
- Adicionar 6,5ml do coquetel tampão e 4 gotas do indicador eriochrome black e titular, imediatamente, com a solução de EDTA 0.0125 N, até viragem da cor vermelho-arroxeadada para azul puro ou esverdeada (com esta titulação são determinados conjuntamente (Ca^{++} e Mg^{++})).

- Anotar o volume de EDTA gasto.

4.3.2.3 Cálculo

$$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} \text{ (cmolc /kg) = ml EDTA}$$

4.3.2.4 Reagentes

Coquetel tampão: solução tampão pH 10 - dissolver 67,5g de NH_4Cl em 200ml de água e colocar em balão aferido de 1 litro. Adicionar 600ml de NH_4OH concentrado, 0,616g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e 0,930g de EDTA, sal dissódico. Agitar bem até dissolver e completar o volume.

Verificar a “neutralidade” da solução em relação ao EDTA e ao magnésio, colocando 50 ml de água em erlenmeyer de 125 ml, 3 ml da solução tampão e 4 gotas de eriochrome black; a cor avermelhada deverá virar para azul puro pela adição de uma gota do EDTA 0,0125M. Misturar 300 ml da solução tampão pH 10 com 300 ml de trietanolamina e 50 ml de cianeto de potássio a 10%, agitar e guardar em frasco próprio.

Solução de EDTA 0,0125M - pesar 4,653g do EDTA p.a. previamente seco em estufa e dissolver em água contida em balão de 1 litro, completando o volume.

Indicador eriochrome black - dissolver 100mg do indicador em 25ml de álcool metílico contendo 16g de bórax por litro. Esta solução deve ser usada recém-preparada devido à facilidade de se deteriorar.

Murexida - pesar 0,5g do indicador, colocar em gral de porcelana e misturar com 100g de sulfato de potássio seco em pó, triturando bem. Guardar em vidro escuro.

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

4.3.2.5 Equipamento

Bureta digital.

Referências: Del Negro & Vettori (1938); EMBRAPA (1979); Horowitz (1952); Vettori (1969)

4.3.3 Cálcio trocável

4.3.3.1 Princípio

Extração com solução KCl N e determinação complexiométrica em presença dos indicadores eriochrome e murexida ou calcon.

4.3.3.2 Procedimento

- No segundo erlenmeyer, colocar 2ml de trietanolamina a 50%, 2ml de KOH a 10% e uma pitada de murexida (\pm 50mg). Titular com solução de EDTA 0,0125 M até viragem da cor rósea para roxa.
- Anotar o volume de EDTA gasto, que corresponde ao cálcio existente.

4.3.3.3 Cálculo

Calcular a percentagem de cálcio na amostra de solo de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{Ca}^{++} \text{ (cmolc /kg)} = \text{ml EDTA}$$

4.3.3.4 Reagentes

Ver item 4.3.2.3.

4.3.3.5 Equipamento

Bureta digital.

Referências: Del Negro & Vettori (1938); EMBRAPA (1979); Vettori (1969).

4.3.4 Magnésio trocável

4.3.4.1 Determinação

Diferença entre os valores de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ (ver item 4.3.2) e Ca^{++} (ver item 4.3.3).

4.3.5 Potássio trocável

4.3.5.1 Princípio

Extração com solução diluída de ácido clorídrico e posterior determinação por espectrofotometria de chama.

4.3.5.2 Procedimento

- Passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05N no fotômetro de chama, utilizando o filtro próprio do potássio.
- Fazer a leitura e diluir a solução caso a leitura ultrapasse a do padrão utilizado.

4.3.5.3 Cálculo

$$K^+ \text{ (cmolc/kg)} = L \times \text{diluição} \times f_k$$

L = Leitura da amostra

Observação:

Para obtenção do fator f_k , preparar 4 soluções padrão de K^+ e Na^+ contendo cada uma 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmolc/l.

4.3.5.4 Reagentes

Solução padrão de KCl e NaCl (0,1 cmolc/l) - pesar 0,0746g de KCl e 0,0585g da NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl 0,05 N até completar o volume de 1 litro.

Solução padrão de K^+ e Na^+ - pipetar para balões aferidos de 500ml as seguintes quantidades da solução anterior: 50, 100, 150 e 200ml. Completar o volume com solução de HCl 0,05 N. Transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmolc/l respectivamente.

Passar essas 4 soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,02 cmolc/l de K^+ ou Na^+ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro.

Traçar o gráfico leitura x concentração e determinar o fator f_k .

4.3.5.5 Equipamento

Fotômetro de chama.

Referências: Castro et al. (1972); Cattani (1946); Del Negro & Vettori (1938); EMBRAPA (1979); Feigenbaum & Hagin (1967); Horowitz (1952); Paiva Netto et al. (1950); Vettori (1969).

4.3.6 Sódio trocável

4.3.6.1 Princípio

Extração com solução diluída de ácido clorídrico e posterior determinação com espectrofotometria de chama.

4.3.6.2 Procedimento

- Passar o extrato de solo obtido com HCl 0,05N no fotômetro de chama, utilizando o filtro próprio do Na⁺.
- Proceder a leitura do aparelho; diluir a solução quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

4.3.6.3 Cálculo

$$\text{Na}^+ \text{ (cmol}_c \text{ / kg)} = L \times \text{diluição} \times f_{\text{Na}}$$

L = Leitura da amostra

Observação:

Para a obtenção do fator f_{Na} , preparar 4 soluções padrão contendo:

0,1 - 0,2 - 0,3 e 0,4 cmol_c /ℓ de Na⁺, conforme item 4.3.5.4, determinar a curva, ou traçar o gráfico leitura x concentração de Na⁺, para o cálculo do fator f_{Na} .

A solução padrão de sódio pode ser preparada isoladamente; entretanto, como as determinações dos trocáveis envolvem as duas determinações (Na⁺ e K⁺), uma só solução torna-se mais prática. Quando se tratar de solos muito ricos em Na⁺, há necessidade de se proceder várias diluições para poder atingir a escala do aparelho.

4.3.6.4 Reagente

Solução padrão de sódio - ver item 4.3.5.4.

4.3.6.5 Equipamento

Fotômetro de chama.

Referências: Del Negro & Vettori (1938); Horowitz (1952); Paiva Netto et al. (1950).

4.3.7 Soma de cátions trocáveis (valor S)

4.3.7.1 Cálculo

$$S \text{ (cmol}_e \text{ /kg)} = (\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^+ + \text{Na}^+)$$

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979); Setzer (1941); Vettori (1969).

ACIDEZ DO SOLO

Serão descritos dois métodos diferentes para a determinação da acidez do solo:

Acidez trocável - a acidez (H + Al) liberada pela reação com solução não tamponada de KCl. Pode ser designada como acidez real e é utilizada para determinar o que se denomina CTC efetiva, que é definida como a soma das bases + (H + Al).

Acidez potencial - a acidez obtida pela extração com solução tamponada de acetato de cálcio N pH 7,0. Pode ser denominada como acidez extraível ou acidez titulável e é por vezes referida erroneamente como acidez trocável. É utilizada para calcular a CTC do solo, definida como a soma das bases + acidez potencial.

5.1 Acidez trocável

5.1.1 Princípio

Soluções não tamponadas de sais neutros como o KCl não produzem acidez por dissociação de radicais carboxílicos (H^+), e assim o H^+ + Al^{+++} determinados correspondem às formas trocáveis.

A determinação é feita titulando-se com NaOH em presença de fenolftaleína como indicador.

5.1.2 Procedimento

Duas técnicas de extração da acidez trocável são descritas sucessivamente.

5.1.2.1 Método do KCl N

- Colocar 10g de solo em erlenmeyer de 125ml e adicionar 50ml de KCl N.

- Agitar manualmente algumas vezes e deixar em repouso durante 30 minutos.
- Filtrar em papel de filtro tipo Whatman nº 42 de 5,5cm de diâmetro, adicionando duas porções de 10ml de KCl N.
- Adicionar ao filtrado 6 gotas de fenolftaleína a 0,1% e titular com NaOH 0,1N até o aparecimento da cor rosa.

a) **Cálculo**

$$\text{Acidez trocável (cmolc / kg)} = \frac{V \times N \times 100}{p}$$

V = volume de NaOH gastos na titulação

N = normalidade do NaOH

p = peso da amostra em g

b) **Reagentes**

KCl N - dissolver 74,5g do sal em 1 litro de água.

Fenolftaleína (0,1%) - dissolver 0,1g em 100ml de álcool etílico

NaOH 0,1N - dissolver 1 ampola de titrisol conforme instruções. Diluir 100ml para 1ℓ.

c) **Equipamento**

Bureta digital.

5.1.2.2 Método do BaCl₂ 0,1M

- Colocar 10g de solo em erlenmeyer de 250ml e adicionar 100ml de BaCl₂ 0,1M.
- Agitar em agitador mecânico por 1 hora ou manualmente por 1 minuto, deixando a suspensão em equilíbrio por uma noite.
- Pipetar 50ml do sobrenadante.

- Determinar a acidez com NaOH 0,025N, usando 3 gotas de fenolftaleína 1% como indicador.
- Fazer a prova em branco e comparar com o ponto de viragem do indicador.

a) **Cálculo**

$$H^+ + Al^{+++} \text{ (cmolc /kg) } = V \times 0,5$$

V = volume de NaOH 0,025N gasto na titulação

b) **Reagentes**

BaCl₂.2H₂O 0,1 M - pesar 24,4g do sal, colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 700ml de água e completar o volume.

NaOH 0,025 - dissolver uma ampola padrão (titrisol ou fixanal) de NaOH conforme instruções. Colocar 25ml desta solução em balão volumétrico e completar a 1 litro.

c) **Equipamento**

Bureta digital.

Referências: Barreto (1986); Bascomb (1964); Duriez et al. (1982a,1988); EMBRAPA (1979); Gillman (1979); Gillman & Bell (1978); Gillman et al. (1983); Juo et al. (1976); Peech (1965a); Peech et al. (1947, 1962); Yuan (1959); Tucker & Beaty (1974).

5.1.3 Cálculo

A CTC efetiva pode então ser calculada:

$$\text{CTC efetiva (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{S} + \text{acidez})$$

$$\text{S (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{Na}^+ + \text{K}^+)$$

$$\text{acidez (cmol}_c\text{/kg)} = (\text{H}^+ + \text{Al}^{+++})$$

Nota: para a determinação das bases trocáveis ver capítulo 4.

5.2 Acidez potencial

5.2.1 Princípio

Extração da acidez dos solos com acetato de cálcio tamponado a pH 7,0 e determinado volumetricamente com solução de NaOH em presença de fenolftaleína como indicador.

Para solos de clima temperado, o método do cloreto de bário com trietanolamina tamponada a pH 8,2 é o mais utilizado.

5.2.2 Procedimento

- Pipetar 100ml da solução sobrenadante obtida com acetato de cálcio (ver item 4.2.3.1) e passar para erlenmeyer de 200ml (evitar o arraste de partículas de solo).
- Adicionar 5 gotas da solução de fenolftaleína a 3% e titular com a solução de 0,0606 N de NaOH até o desenvolvimento da cor rósea persistente.
- Para cada série de amostras utilizar uma prova em branco.

5.2.3 Cálculo

$$\text{H}^+ + \text{Al}^{+++}(\text{cmol}_c\text{/kg)} = (\text{a} - \text{b})$$

a = ml NaOH da amostra

b = ml NaOH da prova em branco

Observação:

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

5.2.4 Reagentes

Indicador fenolftaleína 3% - dissolver 3g do indicador em álcool etílico, completando o volume para 100ml.

Solução de hidróxido de sódio 0,0606 N - preparar a partir de solução padrão de NaOH através de diluições de ampolas (titrisol ou fixanal), conforme instruções.

5.2.5 Equipamento

Bureta digital.

Referências: Castro et al. (1972a, 1972b); EMBRAPA (1979); Freitas (1950); Mohr (1950); Ramos & Kehrig (1950); Setzer (1941); Vettori (1948,1969).

HIDROGÊNIO EXTRAÍVEL

6.1 Cálculo

$$H^+ \text{ (cmolc /kg)} = [(H^+ + Al^{+++}) - (Al^{+++})]$$

Observação:

Determinado em amostras com pH em água abaixo de 7,0.

Referências: EMBRAPA (1979); Pratt & Alvahydo (1966); Vettori (1969).

– 7 –

VALOR T - CTC
(Capacidade de Troca de Cátions)

7.1 Cálculo

$$T(\text{cmol} / \text{kg}) = S + (H^+ + Al^{+++})$$

Referências: EMBRAPA (1979); Rajj (1969); Vettori (1969).

– 8 –

VALOR V
(Percentagem de Saturação de Bases)

8.1 Cálculo

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

Observação:

Representa a participação das bases trocáveis em relação ao total de cátions no complexo. Este valor é utilizado para a caracterização de solos eutróficos e distróficos.

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO COM ALUMÍNIO

9.1 Cálculo

A percentagem de saturação com alumínio é dada pela seguinte expressão:

$$100 \text{ Al}^{+++} / (\text{S} + \text{Al}^{+++})$$

Observação:

Esta relação é empregada na separação de classes de solo quanto ao caráter álico.

Referências: Camargo (1976); EMBRAPA (1979); Vettori (1969).

PERCENTAGEM DE SATURAÇÃO COM SÓDIO

10.1 Cálculo

A percentagem de saturação com sódio é dada pela seguinte expressão:

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

Observação:

O valor do Na^+ corresponde ao sódio trocável; este valor é utilizado na classificação de solos salinos, sódicos e não salinos.

Referências: EMBRAPA (1979); Richards (1954).

TROCA COMPULSIVA (CTC e CTA)

11.1 Princípio

Troca compulsiva baseada na saturação do solo com solução de BaCl_2 e posterior adição de solução padrão de MgSO_4 . A quantidade de Mg^{++} retirada do MgSO_4 representa a CTC (troca catiônica) e o Cl^- retido a CTA (troca aniônica). Estas determinações são feitas ao pH do solo com concentrações eletrolíticas próximas às encontradas no campo.

11.2 Procedimento

- Pesar 1,0g de solo e colocar em tubo de centrífuga de 30ml previamente pesado.
- Adicionar 20ml de BaCl_2 0,05M e agitar por 2 horas em agitador mecânico.
- Centrifugar e reter o sobrenadante para posterior determinação dos cátions trocáveis, Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ e K^+ , se for o caso.
- Lavar duas vezes com 20ml de BaCl_2 0,002M, agitando 1 hora em cada lavagem. Descartar o sobrenadante.
- Após a segunda lavagem com o BaCl_2 diluído, pesar os tubos contendo o solo úmido para determinação do BaCl_2 entrante.
- Adicionar 20ml de MgSO_4 0,0025M e agitar por 1 hora. Ajustar a condutividade elétrica para 0,3 mS /cm, utilizando água deionizada ou a solução de MgSO_4 0,0025M. Agitar por 1 hora ou deixar por uma noite.
- Pesar os tubos para determinar o volume de MgSO_4 0,0025M ou água.
- Centrifugar e determinar o Mg^{++} e o Cl^- no sobrenadante.

Observação:

O Mg^{++} pode ser determinado por compleximetria com EDTA, ou absorção atômica e o Cl^- por compleximetria com o $Hg(NO_3)_2$ em presença de difenilcarbazona e azul de bromofenol como indicador. A padronização do $Hg(NO_3)_2$ 0,02 N é recomendada, sendo normalmente feita com solução de NaCl 0,02 N

11.3 Cálculos

CTC

Se o Mg^{++} foi adicionado para o ajuste da condutividade da solução.

$$CTC \text{ (cmol}_c \text{ / kg)} = 100 (0,005 V_2 - C_1 V_3)$$

Se água foi adicionada para o ajuste da condutividade da solução.

$$CTC \text{ (cmol}_c \text{ / kg)} = 100 (0,05 - C_1 V_3)$$

CTA

$$CTA \text{ (cmol}_c \text{ / kg)} = 100 (C_3 V_3 - C_2 V_1)$$

V_1 = ml de $BaCl_2$ entrante

V_2 = ml de $MgSO_4$ adicionado

V_3 = ml final do sobrenadante

C_1 = concentração final (meq/ml) de Mg^{++} no sobrenadante

C_2 = concentração (meq/ml) de Cl^- na solução de $BaCl_2$ 0,002M

C_3 = concentração final (meq/ml) de Cl^- no sobrenadante

11.4 Reagentes

Solução de BaCl₂.2H₂O 0,1M - dissolver 24,4g do sal em água e completar o volume a 1ℓ.

Solução de BaCl₂ 0,002M - preparar a partir de ampolas padronizadas.

Solução de MgSO₄ 0,0025M - preparar a partir de ampolas padronizadas.

Solução de Hg (NO₃)₂ .0,02 N - adicionar em balão volumétrico de 1 litro com ± 700ml de água, 20ml de HNO₃ 2M e 3,0g de Hg (NO₃)₂. Agitar até dissolução completa do sal e completar o volume com água.

Difenilcarbazona + verde de bromofenol - dissolver 0,1g de cada indicador em 100ml de etanol. Conservar na geladeira.

NaCl 0,02N - secar em estufa (120°C) por 6 horas uma alíquota do sal P.A. Após resfriar em dessecador, pesar 1,169g, dissolver em balão volumétrico e completar a 1ℓ com água. Usar a solução para padronizar o Hg (NO₃)₂.

11.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Referências: Barreto (1986); Bascomb (1964); Blakemore et al. (1981); Gillman (1979); Gillman et al. (1983); Gillman & Fox (1980); Schales & Schales (1941).

PONTO DE CARGA ZERO (PCZ)

12.1 Princípio

O PCZ é o ponto de cruzamento entre três ou quatro curvas de titulação potenciométricas em soluções eletrolíticas de sais formados por íons indiferentes (NaCl ou KCl).

12.2 Procedimento

- Colocar 4,0g de solo em 45 bécheres e ordená-los em três filas de 15.
- Adicionar 10ml de NaCl ou KCl 0,2M, 0,02M, 0,002M nos bécheres das filas I, II e III, respectivamente. O bécher mediano (nº 8) passa a ser chamado de zero, porque só receberá a solução de NaCl ou KCl.
- Adicionar nos bécheres de nºs 1 a 7: 0,25, 0,50, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3ml de HCl 0,1N e nos de nºs 9 a 15: 0,25, 0,50, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3,0ml de NaOH 0,1N.
- Adicionar água em cada um dos bécheres para completar o volume de 20ml.
- Deixar em equilíbrio durante 4 dias, agitando ocasionalmente.
- Fazer curva de titulação com ácido e base para cada uma das três concentrações eletrolíticas empregadas. Estas correspondem ao teste em branco.
- Após o repouso de 4 dias, determinar o pH das suspensões e calcular as adsorções de H^+ e OH^- adicionados, subtraindo-se dos valores determinados nos brancos correspondentes.
- Plotar as concentrações de H^+ e OH^- adsorvidos contra os pH de cada concentração eletrolítica empregada, de forma a se obter um gráfico. As concentrações finais das três curvas serão respectivamente: $10^{-1} \text{ mol dm}^{-3}$, $10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$ e $10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$.

- O ponto de cruzamento comum as três curvas de titulação potenciométricas correspondem às adsorções iguais de H^+ e OH^- e, portanto, o PCZ desejado.

Observação:

No caso de determinação de PCZ obtido pelo cruzamento de apenas três curvas de titulação potenciométricas, sugere-se a eliminação de curva de concentração molar.

12.3 Reagentes

Solução de NaCl ou KCl 0,2M - pesar 11,7g de NaCl ou 14,9g de KCl, colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 500ml de água e completar o volume.

Soluções de NaCl ou KCl 0,02M e 0,002M - são preparadas a partir das respectivas soluções 0,2M.

Solução de HCl 0,1N - preparada através de ampola padronizada, tipo titrisol ou fixanal.

Solução de NaOH 0,1N - preparada através de ampola padronizada tipo titrisol ou fixanal.

12.4 Equipamento

Potenciômetro digital, de precisão centesimal.

Referências: Barreto (1986); Gillman (1979); Siqueira (1985); Uehara & Gillman (1981); Rajj & Peech (1972); Velloso (1976); Velloso et al. (1977).

ATAQUE SULFÚRICO

13.1 Princípio

A solubilização de amostras de solo com HSO₄ 1:1, visando a determinação de relações moleculares (Ki e Kr), permite a avaliação de estágios de intemperização de solos.

13.2 Procedimento

- Pesar 1g de solo e colocar em erlenmeyer de 500ml (previamente testado quanto à qualidade do vidro) ou em recipiente de teflon.
- Adicionar 20ml de ácido sulfúrico diluído de 1:1 e ferver durante meia hora, usando condensador de refluxo para evitar evaporação.
- Deixar esfriar, adicionar 50ml de água e filtrar para balão aferido de 250ml, lavando o resíduo com água até completar o volume.
- Utilizar o filtrado para as determinações de ferro, alumínio, titânio, manganês e fósforo total, e o resíduo, para a determinação da sílica.

Observação:

O extrato sulfúrico produzido com essa força iônica pressupõe que somente minerais secundários (argilo-minerais) são dissolvidos e assim os percentuais de Fe, Al, Si, Ti são próximos aos da fração coloidal do solo.

13.3 Reagente

Ácido sulfúrico diluído de 1:1 - medir 500ml de H₂SO₄ concentrado d = 1,84 e colocar, vagarosamente, em bécher de 2 litros contendo 500 ml de água. Deixar esfriar e colocar em vidro próprio.

13.4 Equipamento

Placa aquecedora.

Referências: Antunes et al. (1975); Benema (1974); Duriez (1974) Duriez et al. (1982b); EMBRAPA (1979); Kehrig (1949); Kehrig & Sette (1952); Melo et al. (1984); Ramos & Kehrig (1950); Rajj & Valladares (1979); Vettori (1969).

SÍLICA

14.1 Princípio

Solubilização da sílica proveniente do ataque sulfúrico com solução de NaOH e posterior desenvolvimento da cor azul do complexo sílico-molibdico através da redução do molibdato com ácido ascórbico.

14.2 Procedimento

- Passar o resíduo retido no papel de filtro (método 13) com auxílio de pisseta com água (usar aproximadamente 150ml), para o mesmo erlenmeyer onde foi feito o ataque sulfúrico. Esta operação é facilitada colocando-se o papel de filtro aberto em funil grande, preso em suporte, e aplicando-se um jato fino e forte de água.

- Adicionar 4ml de solução de NaOH a 30% e colocar o erlenmeyer em placa elétrica até início de fervura, usando sistema de refrigeração.

- Deixar esfriar e transferir tudo para balão aferido de 200ml (ou acertar a 201,2g), com auxílio de pisseta; completar o volume com água.

- Filtrar e receber o filtrado límpido em frasco de polietileno (desprezar os dois primeiros).

- Pipetar 0,2ml do filtrado com micropipeta (pipeta Seligson, USA) em copo plástico de 150ml.

- Adicionar aproximadamente 50ml de água, e, com controle de tempo da aplicação dos reagentes, adicionar 2,5ml da solução de molibdato de amônio. Após 10 minutos, juntar 2,5ml de solução de ácido tartárico 28% e, decorridos \pm 5 minutos, 30mg de ácido ascórbico, como redutor.

- Passar o conteúdo para balão aferido de 100ml e completar o volume com água.

- Deixar o balão em repouso para desenvolvimento da cor. Após 12 horas, nunca depois de 24 horas, medir a absorvância a 695 m μ e anotar a leitura.

- Para obtenção da percentagem de sílica na amostra, preparar 3 padrões (em duplicata), de solução contendo 6 a 6,5% de SiO₂, proveniente de amostras de solo O teor de sílica é controlado trimestralmente pelo processo gravimétrico.

- Pipetar 0,1, 0,2 e 0,4ml deste extrato e proceder da mesma forma descrita para a amostra; determinar os valores das leituras no espectrofotômetro correspondentes a cada solução, e empregar o valor médio para o cálculo do fator de conversão da leitura em percentagem de sílica.

14.3 Cálculo

Quando a leitura da amostra não ultrapassar a leitura do padrão de 0,2ml:

$$\text{SiO}_2 \text{ (g/kg)} = \text{Leitura da amostra} \times f_1 \times 10$$

f_1 = concentração de SiO₂ da solução padrão, em percentagem / leitura do padrão correspondente a 0,2ml (média das duas determinações).

Quando a leitura da amostra for maior que a leitura do padrão de 0,2ml:

$$\text{SiO}_2 \text{ (g/kg)} = [(a - b) \times f_2 + 12,5] \times 10$$

a = leitura da amostra

b = leitura do padrão 0,2ml

f_2 = concentração de SiO₂ da solução padrão, em percentagem/diferença entre as leituras do padrão 0,4 ml e 0,2ml (isto porque a leitura do último padrão não obedece mais à lei de Beer).

Observação:

A leitura das amostras deverá ficar entre 100 e 300 mμ para a alíquota de 0,2ml. Diluir ou tomar alíquotas maiores que 0,2ml, se necessário.

14.4 Reagentes

Solução ácida de molibdato de amônio - dissolver 89g do sal em ± 600ml de água e adicionar, lenta e continuamente, 62ml de H₂SO₄ (concentrado previamente diluído a 100ml com água), agitando constantemente. Esfriar e transferir para balão aferido de 1 litro. Completar o volume com água.

Ácido ascórbico - usar sal puro p.a. (± 30mg), ou solução recém-preparada.

Ácido tartárico - 28%.

14.5 Equipamento

EAM.

Referências: Duriez (1982); EMBRAPA (1979); Kehrig & Aguiar (1949); Ramos & Kehrig (1950); Vettori (1969).

FERRO NO EXTRATO SULFÚRICO

15.1 Princípio

Determinação por compleximetria com EDTA ou por espectrofotometria de absorção atômica no extrato sulfúrico.

15.2 Procedimento

- Pipetar 20ml do extrato sulfúrico (método 13) e colocar em bécher de 300ml de forma alta.
- Adicionar 2,5ml da solução de HCl + HNO₃ e ferver por alguns minutos, até completa destruição da matéria orgânica (desaparecimento da cor escura).
- Repetir a operação quando a destruição não for completa.
- Adicionar 25 a 30ml de água e ajustar o pH da solução para 1,5, em potenciômetro, empregando solução de HCl 11 e NH₄OH concentrado, quando for o caso.
- Adicionar, em seguida, 1ml da solução de ácido sulfossalicílico como indicador e aquecer até temperatura aproximada de 60°C.
- Titular com solução de EDTA 0,01M, passando a coloração de vermelho para amarelo (observar que a reação é lenta).
- Após a titulação separar o bécher com a solução, para ser empregada na determinação de Al₂O₃.

15.3 Cálculo

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (g/kg)} = \text{ml EDTA 0,01 M gastos} \times 10$$

Observação:

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

15.4 Reagentes

Ácido clorídrico 1:1 - adicionar 500ml de água em proveta de 1 litro e juntar 500ml de HCl concentrado.

Ácido clorídrico + ácido nítrico 1:4 - colocar 50ml de HNO₃ concentrado em proveta de 250ml e adicionar, vagarosamente, 200ml de HCL 1:1. Agitar, homogeneizar e guardar em vidro escuro.

Ácido sulfossalicílico 5% - pesar 50g do produto e dissolver em água, contida em balão de 1 litro. Agitar até dissolver e completar o volume.

EDTA 0,01 M - pesar, exatamente, 3,7224g do sal (etileno-diamino-tetra-acetato de sódio) e dissolver em água contida em balão aferido de 1 litro. Agitar até completa dissolução e completar o volume. Guardar em recipiente de polietileno e padronizar com solução de cloreto de cálcio 0,01 M.

Cloreto de cálcio 0,01 M - pesar 1g de CaCO₃ puro p.a. e colocar em bécher de 250ml. Umedecer e em seguida aplicar, gota a gota, ácido clorídrico concentrado, até total dissolução do sal. Aquecer caso seja necessário. Transferir para balão aferido de 1 litro, lavar bem o bécher e completar o volume.

15.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Referências: Brasil (1949); EMBRAPA (1979); Duriez (1974); Duriez et al. (1982); Ilchenko & Mendes (1956); Kehrig & Aguiar (1949); Perraud et al. (1976); Vettori (1969).

ALUMÍNIO NO EXTRATO SULFÚRICO

16.1 Princípio

Determinação por complexometria com CDTA ou por espectrofotometria de absorção atômica no extrato sulfúrico.

16.2 Procedimento

- Após a dosagem de Fe_2O_3 pelo EDTA, adicionar 10ml da solução de CDTA (aguardar mais ou menos 1 hora), 10ml da solução tampão de acetato de amônio pH 4,5 (esperar 10 minutos), 50ml de álcool etílico e 2ml de solução de ditizona (recém-preparada).

- Titular o excesso de CDTA com solução de sulfato de zinco, até viragem de cor verde-acinzentada para cor rosa forte, sendo esta mudança nítida e instantânea.

- Paralelamente, empregar uma prova em branco e determinar o volume de sulfato de zinco necessário para reagir com 10ml do CDTA.

16.3 Cálculo

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (g/kg)} = (a - b) \times 10$$

a = ml de ZnSO_4 na amostra

b = ml de ZnSO_4 na prova em branco

Observação:

Este método determina conjuntamente o alumínio e o titânio, sendo necessário descontar o TiO_2 obtido pelo método para ter o resultado só de Al_2O_3 . Em caso de solos com alto teor de TiO_2 (Latosolo Roxo, por exemplo) é

conveniente recorrer à separação prévia do titânio e ferro por precipitação, para em seguida proceder à determinação do Al_2O_3 pelo mesmo método.

16.4 Reagentes

Solução do CDTA 0,031M - pesar exatamente 11,30g do ácido 1,2 ciclo-hexilenodinitrilo - tetracético. Colocar em bécher de 250ml e adicionar 100ml de solução de NaOH 2,5%, recém-preparada. Agitar bem com bastão de vidro até dissolver; transferir para balão aferido de 1 litro, adicionando água até completar o volume. Guardar a solução em depósito de polietileno.

Acetato de amônio de pH 4,5 - colocar 6ml do ácido acético ($\text{C}_2\text{O}_2\text{H}_4$) glacial em balão aferido de 50ml, contendo 40ml de água. Homogeneizar e completar o volume. Transferir a solução para erlenmeyer de 125ml, adicionar 2 gotas de azul de bromotimol e titular com NH_4OH concentrado até viragem do azul para o verde, anotando o volume gasto. Preparar a solução tampão, colocando 120ml do ácido acético em balão aferido de 1 litro contendo 500ml de água e adicionar, pouco a pouco, agitando, a quantidade de NH_4OH gasto na titulação anterior multiplicada por 10. Agitar e completar o volume.

Álcool etílico absoluto - utilizar o produto comercial.

Solução de ditizona a 0,025% - pesar 0,025g de ditizona (difeniltiocarbazona) e dissolver em 100ml de álcool etílico p.a. Esta solução é instável, podendo ser usada no máximo por 2 a 3 dias se colocada em geladeira.

Solução de sulfato de zinco 0,0156M - pesar 4,5190g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, colocar em balão aferido de 1 litro contendo água, agitar, homogeneizar e completar o volume.

16.5 Equipamento

Bureta digital.

EAA.

Referências: Duriez (1974) Duriez et al. (1982); EMBRAPA (1979); Ilchenko & Mendes (1956); Kehrig & Aguiar (1949); Kehrig & Sette (1952); Rajj & Valladares (1979); Vettori (1969).

TITÂNIO NO EXTRATO SULFÚRICO

17.1 Princípio

Peroxidação do sulfato de titânio a persulfato com H_2O_2 concentrada e determinação espectrofotométrica por absorção molecular ou diretamente no extrato sulfúrico por absorção atômica. O teor de TiO_2 no solo serve como indicativo de solo desenvolvido a partir de rocha básica.

17.2 Procedimento

- Pipetar 25ml do extrato sulfúrico (método 13), colocar em balão aferido de 50ml e adicionar 4ml de ácido sulfúrico 1:1.
- Adicionar, gota a gota, solução de permanganato de potássio até persistência de coloração violeta, e aquecer até próximo à fervura (80 a 90°C), durante 5 minutos; caso a coloração desapareça, adicionar mais algumas gotas de permanganato.
- Juntar, gota a gota, solução de ácido oxálico a 10%, até completo descoloramento, evitando excesso deste redutor.
- Deixar esfriar, juntar 1 ml de ácido fosfórico concentrado, e 7 gotas de H_2O_2 . Agitar e completar o balão com água.
- Colocar 0,5, 1 e 2ml da solução padrão de TiO_2 (1 g/litro) em balão aferido de 50ml, adicionar \pm 20ml de água, 6 ml de H_2SO_4 1:1, 1ml de H_3PO_4 a 50% e 7 gotas de perhidrol. Completar o volume.
- Depois de algumas horas (a coloração é estável durante alguns dias) medir a absorvância a 430 m μ e anotar a leitura.
- Medir em absorvância. Anotar a leitura correspondente a cada padrão.

17.3 Cálculo

$$\text{TiO}_2 \text{ (g/kg)} = a \times f_1 \times 10$$

ou

$$\text{TiO}_2 \text{ (g/kg)} = [(a - b) \times (f_2 + 1)] \times 10$$

a = leitura da amostra

b = leitura do padrão 2ml

Calcular os fatores f_1 e f_2 conforme se segue:

$$f_1 = 1/L_1$$

L_1 = leitura do padrão 1ml

$$f_2 = 1/L_2 - L_1$$

L_2 = leitura do padrão 2ml

Observação:

Usar o fator f_2 quando a leitura da amostra > a leitura do padrão 2ml.

Os numeradores das expressões relativas aos fatores f_1 e f_2 são obtidos relacionando-se amostra e padrão.

Os resultados deverão ser multiplicados por 2.

17.4 Reagentes

Ácido sulfúrico 1:1 - adicionar 500ml de H_2SO_4 concentrado a idêntico volume de água, contida em proveta de 1 litro.

Permanganato de potássio - empregar solução concentrada de KMnO_4 .

Ácido oxálico a 10% - dissolver 100g do produto p.a. em 600ml de água contida em proveta de 1 litro, agitar e completar o volume.

Perhidrol ou água oxigenada - utilizar o produto p.a.

Solução padrão de TiO₂ (1 g/litro).

- Pesar 1g de TiO₂ p.a., colocar em bécher de 400ml e adicionar 50ml de solução de H₂SO₄ 1:1.

- Aquecer no banho de areia em capela, até o desprendimento de SO₃. Adicionar 250ml de água, agitando continuamente com bastão de vidro para evitar hidrólise e ferver durante alguns minutos.

- Deixar esfriar, transferir para balão aferido de 1 litro e completar o volume (filtrar se necessário).

- Pipetar 100ml, colocar em bécher de 250ml, aquecer e adicionar, gota a gota, a solução de hidróxido de amônio 1:1 até ligeiro excesso, usando azul de bromotimol como indicador.

- Ferver durante 5 minutos, filtrar em papel de filtro sem cinzas e lavar o precipitado com água quente, até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação de sulfatos pelo cloreto de bário a 10%.

- Colocar o papel de filtro em cadinho de porcelana na estufa, durante 1 a 2 horas, e depois em mufla, para calcinar até 800 - 900°C, deixando nessa faixa de temperatura durante 1 a 2 horas.

- Esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001g.

- Efetuar esta determinação em duplicata e determinar a concentração exata da solução de TiO₂ em função do peso do resíduo depois de calcinado, de acordo com a seguinte expressão:

$$\text{TiO}_2 \text{ g/l} = \text{peso do resíduo} / 0,1$$

17.5 Equipamento

EAM.

EAA.

Referências: EMBRAPA (1979); Paiva Netto et al. (1950); Shermann & Kanehiro (1965).

MANGANÊS NO EXTRATO SULFÚRICO

18.1 Princípio

Peroxidação do manganês com periodato de potássio e leitura espectrofotométrica por absorção molecular ou diretamente do extrato sulfúrico por absorção atômica.

18.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 20ml do extrato sulfúrico para bécher de 100ml, adicionar 1ml de ácido nítrico concentrado e aquecer até destruição da matéria orgânica.
- Adicionar 1ml de ácido fosfórico concentrado e 0,2 a 0,3g (1 pitada) de periodato de potássio.
- Acrescentar 10ml de água e ferver por cinco minutos.
- Deixar esfriar, transferir para balão de 100ml e completar com água.
- Pipetar 0,1, 0,2, 0,5 e 1ml de solução padrão (fixanal) 0,1 N de permanganato de potássio para balão de 100ml.
- Adicionar a cada um dos padrões a mesma quantidade de ácido nítrico, fosfórico e periodato de potássio que foi adicionada às amostras.
- Completar o volume dos balões a 100ml com água e deixar em repouso.
- Proceder à leitura em absorvância, após 1 hora, em espectrofotômetro a 550m μ .

18.3 Cálculo

Calcular a percentagem do MnO pela seguinte expressão:

$$\text{MnO (g/kg)} = L \times f \times 4,494$$

Determinar os fatores de conversão de leituras para teores de KMnO_4 na amostra em função dos padrões do KMnO_4 , conforme descrito abaixo.

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

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

L_1 = leitura padrão de 0,1ml

L_2 = leitura padrão de 0,5ml

4,494 = fator de conversão de KMnO_4 para MnO.

Os numeradores das expressões relativas aos fatores f_1 e f_2 são obtidos relacionando-se amostra e padrão.

18.4 Equipamento

EAM.

EAA.

Referências: EMBRAPA (1979); Jackson (1958); Seiler & Ilchenko(1956); Vettori (1969).

FÓSFORO NO EXTRATO SULFÚRICO

19.1 Princípio

Solubilização das formas fosfatadas minerais e orgânicas pelo H_2SO_4 1:1. O fósforo contido no extrato sulfúrico representa a concentração total deste elemento.

19.2 Procedimento

- Pipetar 10ml do extrato sulfúrico para balão de 50ml.
- Adicionar 10ml de solução de P total concentrado.
- Juntar água até aproximadamente 35ml e uma “pitada” (15mg) de ácido ascórbico.
- Agitar até completa dissolução do ácido ascórbico e completar o volume.
- Pipetar 0,5 - 1 - 2ml de solução padrão de fósforo contendo 50mg/l para balões aferidos de 50ml. Juntar um pouco de água e 10ml do reagente concentrado do fósforo assimilável (compensação de acidez com as amostras provenientes do ataque sulfúrico) e uma “pitada” (15mg) de ácido ascórbico. Agitar e completar o volume com água.
- Determinar as leituras em espectrofotômetro a 660 mu.

19.3 Cálculo

$$\text{P}_2\text{O}_5 \text{ (g/kg)} = L_1 \times f \times 10$$

$$f = 0,125/L_1$$

L_1 = leitura do padrão de 1ml

Observação:

0,125 g de P_2O_5 foi obtido relacionando-se amostra e padrão.

19.4 Reagentes

Solução de molibdato de amônio - em balão de 1 litro, vidro Pyrex, contendo \pm 500ml de água, juntar 2g de subcarbonato de bismuto e, rapidamente, 100ml de H_2SO_4 concentrado. Com o calor desenvolvido, o sal de bismuto se dissolve. Esfriar, adicionar a esta solução outra de 20g de molibdato de amônio em 200ml de água. Completar o volume.

Solução padrão de P_2O_5 contendo 50 mg de P_2O_5 por litro - dissolver 0,0958g de KH_2PO_4 em água destilada, juntar 3ml de H_2SO_4 concentrado e completar a 1 litro.

19.5 Equipamento

EAM.

Referências: Anastácio (1968); EMBRAPA (1979); Freitas (1950); Koltoff & Sandell (1949); Mohr & Carvalho (1953); Ramos & Kehrig (1950); Marques (1961).

RELAÇÕES MOLECULARES K_i e K_r

20.1 Cálculo

O K_i é calculado em função dos valores expressos em % de SiO_2 e Al_2O_3 , divididos pelos seus respectivos pesos moleculares. Os resultados obtidos nos itens 14.3 e 16.3 devem ser divididos por 10.

$$K_i = \% \text{ de } \text{SiO}_2 \times 1,70 / \% \text{ de } \text{Al}_2\text{O}_3$$

O K_r é calculado em função dos valores expressos em % de SiO_2 e $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$, divididos pelos seus respectivos pesos moleculares. Os resultados obtidos nos itens 14.3, 15.3 e 16.3 devem ser divididos por 10.

$$K_r = (\% \text{ de } \text{SiO}_2 / 0,60) / (\% \text{ de } \text{Al}_2\text{O}_3 / 1,02) + (\% \text{ de } \text{Fe}_2\text{O}_3 / 1,60)$$

Referências: EMBRAPA (1979); Guimarães et al. (1970); Kehrig & Aguiar (1949); Vettori (1969, 1971).

– 21 –

RELAÇÃO MOLECULAR Al_2O_3 / Fe_2O_3

21.1 Cálculo

Obtida em função dos valores expressos em percentagens de Al_2O_3 e Fe_2O_3 , divididos pelos seus respectivos pesos moleculares, pela seguinte expressão simplificada:

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

Referências: EMBRAPA (1979); Guimarães et al. (1970).

FERRO, ALUMÍNIO, MANGANÊS E SÍLICA EXTRAÍVEIS

Estas análises compreendem:

- compostos de ferro, alumínio e manganês livres no solo extraídos por solução de citrato-ditionito-bicarbonato;

- compostos de ferro, alumínio e sílica amorfos extraídos por solução de oxalato ácido de amônio;

- ferro e alumínio de ligações orgânicas extraídas por solução de pirofosfato.

22.1 Método do citrato-ditionito-bicarbonato (CBD)

22.1.1 Princípio

A amostra é aquecida em uma solução complexante tamponada de citrato/bicarbonato, a qual é adicionada ditionito de sódio em pó como agente redutor. O ferro, alumínio e manganês são determinados no extrato pelo AAS.

22.1.2 Procedimento

- Pesar 1 a 2g de solo e colocar em tubo de centrífuga de 100ml. Tem-se como critério pesar 1g para amostras com teores de Fe_2O_3 total (ferro do ataque sulfúrico) acima de 5% e 2g para abaixo de 5%.

- Adicionar 40 ml da solução de citrato tribásico de sódio biidratado 0,3M e 5 ml de solução de bicarbonato de sódio M.

- Aquecer em banho-maria à temperatura entre 75°C e 80°C. *Precaução:* a temperatura não deve exceder a 80°C (precipitação do enxofre).

- Juntar 1g de ditionito de sódio em pó, agitar constantemente por 1 minuto e ocasionalmente por 5 minutos. Uma segunda porção de 1g de ditionito é adicionada agitando-se posteriormente. Uma terceira porção de 1g é adicionada com agitação ao final do segundo período de 5 minutos.

- Adicionar 10ml de solução saturada de NaCl e manter o aquecimento em banho-maria por algum tempo.
- Deixar esfriar e centrifugar durante 10 minutos a 2.000 rpm.
- Transferir o líquido sobrenadante para balão de 250ml e repetir a operação até se obter um líquido sobrenadante claro. Completar o volume com água.

22.1.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Mn, Si (g/kg)} = \frac{\text{L x diluição} \times 1.000}{p}$$

L = mg/l Fe, Al, ou Mn no extrato da amostra diluída

p = solo em g

Fatores de conversão:

$$\text{g /kg Fe}_2\text{O}_3 = \text{g /kg Fe} \times 1,43$$

$$\text{g /kg Al}_2\text{O}_3 = \text{g /kg Al} \times 1,89$$

$$\text{g /kg SiO}_2 = \text{g /kg Si} \times 2,14$$

22.1.4 Reagentes

Solução de citrato de sódio 0,3M - dissolver 88,23g de citrato de sódio bihidratado em 1 litro de água.

Solução de bicarbonato de sódio 1M - dissolver 84,01g em 1 litro de água.

Ditionito de sódio - pó.

Soluções padrão de Fe, Al, e Mn - diluir ampolas padronizadas conforme instruções.

22.1.5 Equipamento

Banho-maria.

Centrífuga.

EAA.

Referências: EMBRAPA (1979); Jackson (1958); Mehra & Jackson (1960); Holmgren (1967); Kilmer (1960).

22.2 Método do oxalato ácido de amônio

22.2.1 Princípio

Baseia-se na afinidade do oxalato em meio ácido para formação de complexos coloidais após a dissolução dos óxidos e oxi-hidróxidos amorfos do solo (Fe, Al, Si), permanecendo inatacados os argilo-minerais cristalinos. O Fe, Al e Si são determinados no extrato pelo EAA por espectrofotometria de absorção atômica.

22.2.2 Procedimento

- Pesar 0,5g de solo para tubo de centrífuga.
- Adicionar 20ml de oxalato ácido de amônio 0,2M pH 3,0.
- Agitar por 4 horas no escuro.
- Centrifugar por 15 minutos a 2.000 rpm.
- Cuidadosamente, passar o líquido sobrenadante para vidro escuro de 100ml e reservar para as determinações de Fe, Al e Si.

22.2.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al, Si (g/kg)} = \frac{\text{L x diluição}}{\text{p}} \times 1.000$$

L = leitura em mg/kg

p = solo em g

Fatores de conversão:

$$\text{g/kg Fe}_2\text{O}_3 = 1,43 \times \text{g/kg Fe}$$

$$\text{g/kg Al}_2\text{O}_3 = 1,89 \times \text{g/kg Al}$$

$$\text{g/kg SiO}_2 = 2,14 \times \text{g/kg Si}$$

22.2.4 Reagentes

Oxalato ácido de amônio 0,2 M pH=3 - dissolver 28,4g do oxalato de amônio e 12,6g do ácido oxálico em 1 litro de água. Misturar 700ml do sal com 530ml do ácido. Ajustar o pH=3 com ácido oxálico ou NH₄OH.

22.2.5 Equipamentos

Agitador mecânico.

EAA.

Referência: McKeague & Day (1966); Wada (1989).

22.3 Método do pirofosfato de sódio

22.3.1 Princípio

Os complexos de ferro e alumínio com a matéria orgânica são extraídos com pirofosfato de sódio, permanecendo inatacáveis as formas inorgânicas amorfas e cristalinas.

22.3.2 Procedimento

- Triturar 5g de amostra no gral e passar por tamiz de 100 mesh.
- Pesar 0,3g de amostra (100 mesh) em tubos de centrífuga (1g p/amostra com pouco Fe e Al).
- Adicionar 30ml de solução de pirofosfato de sódio 0,1 M. Vedar e agitar por uma noite ou agitar por 2h, deixar em repouso por uma noite e agitar novamente por 2 horas.
- Centrifugar a 20.000 rpm por 10 minutos. Se não dispuser de supercentrífuga, adicionar 0,5ml de solução super floc 0,1%, e centrifugar por 15 minutos a aproximadamente 3.500 rpm.

- Decantar o sobrenadante claro em um frasco e armazenar em “freezer” para futuras análises.
- A determinação dos elementos é feita por absorção atômica.

22.3.3 Cálculo

$$\text{Fe, Al (g/kg)} = \frac{[a - b] \times \text{diluição} \times 10}{p} \times 10$$

a = mg/l de Fe ou Al

b = branco

p = solo em g

22.3.4 Reagentes

Pirofosfato de sódio 0,1 M - dissolver 44,6g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ em água e elevar a 1 litro.

Super floc (N - 100).

22.3.5 Equipamento

Supercentrífuga.

Referências: Bascomb (1968); Franzmeier et al. (1965); Wada (1989).

SAIS SOLÚVEIS

23.1 Princípio

Determinação dos sais solúveis nos solos pela medição de cátions e ânions no extrato aquoso. O procedimento descrito é o do extrato obtido na pasta de saturação. A salinidade do solo é estimada pela condutividade elétrica do extrato.

23.2 Preparação do extrato de saturação

23.2.1 Procedimento

- Pesar 100 a 200g de solo e colocar em bécher de plástico de 400ml.
- Adicionar água contida em proveta de 50ml, em quantidade inicial de 25ml para solos arenosos e 50ml para os demais.
- Amassar a amostra com espátula de aço inoxidável e continuar a adição de água, pouco a pouco, de preferência por meio de bureta de 50ml.
- Dar como concluída essa operação quando a massa do solo apresentar aspecto brilhante ou espelhante, ou quando uma pequena quantidade de água adicionada já não é mais absorvida pela massa do solo, ou ainda, quando a pasta deslizar suavemente na espátula.
- Anotar a quantidade de água utilizada e deixar a amostra em repouso durante 4 horas ou uma noite.
- Decorrido esse tempo, verificar se a massa do solo apresenta excesso ou falta de água; no primeiro caso adicionar mais 50g de terra fina e repetir a operação de saturação; no segundo caso adicionar mais água até completar a saturação. Determina-se então a percentagem de saturação:

$$\% \text{ de água na pasta saturada} = \frac{100 \times V}{p}$$

V = volume em ml de água gastos

p = peso da amostra

- Transferir a pasta saturada para um funil de Buckner contendo papel de filtro e adaptado a um kitasato de 500ml.
- Aplicar a sucção e coletar o filtrado.
- Transferir o extrato para depósito de plástico com tampa e anotar o número da amostra.

Observação:

Adicionar 1 gota de solução de hexametáfosfato de sódio a 1% para cada 25ml de extrato, quando se vai determinar os íons carbonatos e bicarbonatos, para evitar a precipitação do carbonato de cálcio durante o repouso da amostra. A quantidade de solo a ser usada depende das determinações a serem feitas, entretanto, para solos de textura média, 250g são suficientes para se obter uma quantidade de extrato razoável. A pasta não deve acumular água na superfície, perder seu brilho ou endurecer durante o repouso; especial cuidado se deve ter quando se trata de Solos Orgânicos, muito argilosos ou sódicos.

23.2.2 Equipamento

Funil buckner.

Bomba a vácuo.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Richards (1954); Vettori (1969).

23.3 Condutividade elétrica

23.3.1 Procedimento

- Utilizar o extrato de saturação obtido (ver item 23.2.1) e um condutivímetro de leitura direta.
- Medir a temperatura do extrato e ajustar o aparelho para essa temperatura; ligar o aparelho com certa antecedência e aferir a leitura do mesmo com solução de KCl 0,01 N (condutividade de 1,4 mS/cm).
- Lavar a célula de condutividade com água 2 a 3 vezes e encher a mesma com o extrato de saturação.
- Fazer a leitura direta de mS/cm.

Observação:

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

Quando necessário (solos com predominância de argilo-expansivos), recorrer ao seguinte procedimento indireto utilizando o solo e o extrato aquoso de 1:1 por filtração simples:

- pesar 50g de solo para erlenmeyer de 100ml e adicionar 50ml de água;
- agitar esporadicamente e deixar em repouso durante uma noite;
- filtrar em papel de filtro comum;
- utilizar o filtrado, mesmo sendo turvo e medir a condutividade elétrica expressa em mS/cm;
- a percentagem de água na pasta saturada é obtida conforme especificado no item 23.2.1.

23.3.2 Reagente

Solução de cloreto de potássio 0,01 N - pesar 0,7456g do sal previamente seco em estufa a 110°C, dissolver em água e completar o volume para 1 litro. A CE dessa solução é de 1,4 mS/cm.

23.3.3 Equipamento

Condutivímetro digital.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Vettori (1969); Richards (1954).

23.4 Cátions solúveis

23.4.1 Princípio

O cálcio e magnésio solúveis são determinados pelo AAS e o sódio e potássio pelo fotômetro de chama nos extratos diluídos. Interferências nas determinações pelo AAS são eliminadas pela adição de lantânio.

23.4.2 Procedimento

23.4.2.1 Ca e Mg solúveis

- Diluir uma solução padrão de Ca 1.000mg/ℓ para 250mg/ℓ; pipetar 50ml para balão volumétrico de 200ml e completar o volume com água.
- Diluir uma solução padrão de Mg 1.000mg/ℓ para 25mg/ℓ; pipetar 25 ml para balão volumétrico de 1ℓ e completar o volume com água.
- Pipetar uma série de 0-5-10-15-20-25ml para balão volumétrico de 250 ml das soluções de Ca 250mg/ℓ e Mg 25mg/ℓ respectivamente.
- Em cada amostra adicionar 2.5ml da solução de lantânio a 1%. Completar o volume com água.

23.4.2.2 Na solúvel

- Passar o extrato de saturação no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura, diluindo o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

23.4.2.3 K solúvel

- Passar o extrato de saturação no fotômetro de chama.
- Proceder à leitura e diluir o extrato quando a leitura ultrapassar a escala do aparelho.

23.4.3 Cálculos

O sal solúvel no solo é expresso de duas formas:

- concentração de cátions no extrato, expresso em cmol_c / ℓ ;
- concentração de cátions no solo, expresso em $\text{cmol}_c / \text{kg}$.

A concentração do Ca e Mg no extrato é obtido por:

$$\text{Ca, Mg solúveis (cmol}_c / \ell) = \frac{\text{L} \times \text{diluição} \times 0,1}{\text{Equivalente em Peso}}$$

L = mg / ℓ Ca e Mg no extrato

Equivalente Peso = (Ca = 20,0, Mg = 12,2)

A concentração do Na e K no extrato é obtido por:

$$\text{Na, K solúveis (cmol}_c / \ell) = \text{L} \times \text{diluição} \times f_{\text{Na, K}} \times 0,1$$

L = leitura da amostra

Observação:

Obter o fator f para o Na^+ em função dos valores obtidos com os padrões de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol_c / ℓ Na^+ na mesma forma indicada no item 4.3.6, adaptando-o para cmol_c / ℓ . Geralmente é necessário proceder a várias diluições para tornar possível a leitura no aparelho.

O fator f para o potássio é obtido da mesma maneira indicada no item 4.3.5; usualmente as diluições para o potássio são bem menores do que para o sódio.

O teor de cátions no solo é obtido por:

$$\text{Ca, Mg, Na, K solúvel (cmol}_c \text{/kg)} = \text{Ca, Mg, Na, K solúvel (cmol}_c \text{/ℓ)} \times \frac{\text{PS}}{100}$$

PS = Percentagem de saturação (ver item 23.2.1)

23.4.4 Reagentes

Solução padrão de KCl e NaCl (0,1 cmol_c /ℓ) - pesar 0,0746g de KCl e 0,0585g de NaCl previamente secos em estufa e dissolver em solução de HCl 0,05 N até completar o volume de 1 litro.

Solução padrão de K⁺ e Na⁺ - pipetar para balões aferidos de 500ml as seguintes quantidades da solução anterior: 50, 100, 150 e 200ml; completar o volume com solução de HCl 0,05 N; transferir para frascos e anotar no rótulo as concentrações de 0,01 - 0,02 - 0,03 e 0,04 cmol_c /ℓ respectivamente.

Passar essas 4 soluções no fotômetro e anotar os valores das leituras, sendo recomendável que a leitura do padrão de 0,02cmol_c /ℓ de K⁺ ou Na⁺ represente exatamente a metade da escala do galvanômetro.

Traçar o gráfico leitura x concentração e determinar o fator f_k.

Solução padrão de sódio - ver item 4.3.5.4.

23.4.5 Equipamento

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Fotômetro de chama.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Richards et al. (1960).

23.4.6 Relação de adsorção de sódio (RAS)

Calculado em função dos teores de Na, Ca e Mg⁺ no extrato de saturação:

onde

Na, Ca e Mg são concentrações expressas em cmolc /ℓ.

$$\text{RAS} = \text{Na} / \left[\frac{1}{2} \times (\text{Ca} + \text{Mg}) \right]^{1/2}$$

23.5 Ânions solúveis

Determinações dos carbonatos, bicarbonatos, cloretos e sulfatos.

23.5.1 Carbonatos

23.5.1.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H₂SO₄ em presença da fenolftaleína como indicador.

23.5.1.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 10 a 25ml do extrato de saturação e colocar em erlenmeyer de 125ml.
- Adicionar 3 gotas de fenolftaleína e titular com solução de H₂SO₄ 0,025 N, preferivelmente contida em microbureta de 10ml.
- Anotar o número de ml gastos; caso a extração não apresente coloração vermelha com a fenolftaleína, o valor de CO₃²⁻ é nulo.

Observação:

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

23.5.1.3 Cálculo

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{cmolc}/\ell) = \text{ml de ácido gastos} \times 5 / \text{ml alíquota}$$

23.5.1.4 Reagentes

Solução de fenolftaleína a 1% - dissolver 1g de fenolftaleína em 100ml de álcool etílico a 60%.

Ácido sulfúrico 0,025 N - preparar a partir de solução normal ou decinormal de H₂SO₄.

Referências: Blakemore et al. (1971); EMBRAPA (1979); Richards (1954).

23.5.2 Bicarbonatos

23.5.2.1 Princípio

Determinação por acidimetria com H₂SO₄ no extrato após determinação do carbonato em presença de vermelho de metila como indicador.

23.5.2.2 Procedimento

- Após a titulação dos carbonatos, adicionar 3 gotas do indicador metil-orange e continuar a adição do ácido sulfúrico 0,025 N contido na bureta, até viragem da cor rósea para alaranjada.
- Utilizar uma prova em branco, ou seja, o total usado com a fenolftaleína e com o metil-orange.

23.5.2.3 Cálculo

$$\text{HCO}_3^- \text{ (cmol}_c \text{ / } \ell) = \frac{(a - b \times 2)}{c} \times 5$$

a = ml de ácido gastos

b = ml gastos com fenolftaleína

c = ml da alíquota de extrato = cmol_c / ℓ de HCO₃⁻ no extrato

Observação:

Esta mesma alíquota pode ser usada para determinação dos cloretos.

23.5.2.4 Reagentes

Indicador metil-orange 0,01% - pesar 0,01g do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100ml.

Solução de H₂SO₄ 0,025 N - preparada a partir de solução normal ou decinormal do ácido.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Richards (1954).

23.5.3 Cloretos

23.5.3.1 Princípio

Determinação volumétrica com AgNO₃ em presença de K₂Cr₂O₄ como indicador.

23.5.3.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 1 a 25ml, do extrato de saturação; dependendo do teor salino da amostra, colocar em cápsula de porcelana de 150ml e diluir para volume de 25ml.
- Adicionar 5 gotas de cromato de potássio e agitar bem com bastão de vidro.

- Titular com solução de AgNO₃ 0,05 N até a formação de coloração vermelha persistente.

23.5.3.3 Cálculo

$$\text{Cl}^- (\text{cmol}_e / \ell) = \frac{(a - b) \times 5}{c}$$

a = ml de AgNO₃ gastos

b = ml na prova em branco

c = ml da alíquota

Observação:

Empregar microbureta âmbar de 10ml. A titulação não deve ir além dos 12ml de AgNO₃, sendo feitas as diluições necessárias para que fique numa faixa de 2 a 8ml. Paralelamente deve ser feita uma prova em branco com o cromato de potássio para verificação de viragem e do volume de AgNO₃ gasto, o qual participará do cálculo.

Para determinação de cloretos em baixas ou altas concentrações, o método complexiométrico do nitrato mercúrico em meio ácido através da formação do complexo azul/violeta Hg-difenilcarbazona é considerado excelente.

23.5.3.4 Reagentes

Solução de cromato de potássio 5% - pesar 5g do K₂CrO₄ e dissolver em 50ml de água destilada; adicionar gota a gota solução de AgNO₃ 0,05N, até formação de precipitado permanente; filtrar e diluir para 100ml.

Solução de nitrato de prata 0,05 N - pesar exatamente 8,495g de AgNO₃ puro e dissolver em água destilada contida em balão aferido de 1 litro, agitar e completar o volume; guardar em vidro escuro.

Referências: Blakemore et al. (1981); EMBRAPA (1979); Richards (1954); Schales & Schales (1941).

23.5.4 Sulfatos

23.5.4.1 Princípio

Precipitação do sulfato com BaCl_2 e determinação gravimétrica.

23.5.4.2 Procedimento

- Pipetar alíquota de 25ml do extrato de saturação, colocar em bécher de 250ml e adicionar 100ml de água.
- Juntar 3 gotas de metil-orange e 1ml de ácido clorídrico concentrado.
- Colocar em placa elétrica e, quando se iniciar a ebulição, adicionar a solução de cloreto de bário até ligeiro excesso, agitando com bastão de vidro, energicamente, para formação do precipitado.
- Colocar em banho-maria até reduzir o volume para aproximadamente 50ml.
- Deixar esfriar e filtrar em papel de filtro sem cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação pelo nitrato de prata.
- Colocar o papel de filtro, dobrado, em cadinho de porcelana recém-pesado, levar para forno mufla de calcinar até temperatura de 750°C .
- Deixar esfriar em dessecador e pesar com aproximação de 0,0001g.

23.5.4.3 Cálculo

$$\text{SO}_4^{2-} (\text{cmol}_c / \ell) = \frac{a \times 856,82}{b}$$

a = peso do BaSO_4 em mg

b = ml da alíquota

Observação:

Outros métodos podem ser empregados para determinação dos sulfatos, especialmente quando os teores destes íons são baixos, entretanto este método é considerado como o mais preciso.

23.5.4.4 Reagentes

Solução de BaCl₂ a 10% - pesar 100g de BaCl₂ · 2H₂O, dissolver em água e completar o volume para 1 litro.

Indicador metil-orange 0,1% - dissolver 0,1g do indicador em 100ml de água.

Referências: Association of Official Agricultural Chemists (1970); EMBRAPA (1979); Nelson (1970); Richards (1954); Searle (1979).

EQUIVALENTE DE CARBONATO DE CÁLCIO

24.1 Princípio

Ataque da amostra com excesso de solução padrão de HCl e titulação do excesso de ácido com solução de NaOH padrão. A diferença entre os cmol/l adicionados e os titulados representa o percentual de CaCO_3 na amostra.

24.2 Procedimento

- Pesar 5 a 25g de solo, colocar em cápsula de porcelana de 200ml e adicionar 50ml de HCl 0,5 N por meio de pipeta.
- Aquecer por 5 minutos ou colocar em banho-maria durante 15 minutos.
- Deixar esfriar, adicionar um pouco de água e 3 gotas de fenolftaleína.
- Titular com solução de NaOH 0,25 N.

Observação:

A quantidade de amostra a pesar é definida em função do grau de efervescência que a amostra apresenta quando é umedecida com HCl 30%. A reação pode ser fraca, moderada ou forte.

Caso haja dificuldade na titulação da solução com a amostra de solo, filtrar, lavar e proceder à titulação no total ou numa alíquota. Esta determinação inclui também outros carbonatos.

24.3 Cálculo

$$\text{CaCO}_3 \text{ (g/kg)} = \frac{(a \times 2 - b)}{p} \times 12,5$$

a = ml de HCl 0,5 N

b = ml de NaOH 0,25 N

p = solo em gramas

24.4 Reagentes

Solução de HCl 0,5 N (padronizada) - preparar a partir de solução normal do ácido.

Solução de NaOH 0,25 N - preparar a partir de solução normal de NaOH e determinar sua normalidade exata com o ácido.

Fenolftaleína 1% - dissolver 1g do indicador em 100ml de álcool etílico 95%.

24.5 Equipamento

Bureta digital.

Referências: AOAC (1970); EMBRAPA (1979); Metson (1956); Richards (1954).

NECESSIDADE DE GESSO

25.1 Princípio

Quantidade de gesso necessária para proporcionar condições adequadas de recuperação e uso de solos salinos. Determina-se dosando-se o $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ no extrato resultante do equilíbrio do solo com solução saturada de CaSO_4 , subtraindo-se esse valor do valor de Ca^{++} titulados na solução de CaSO_4 .

25.2 Procedimento

- Colocar 5g de solo em erlenmeyer de 150ml e adicionar, com auxílio de pipeta, 100ml de solução saturada de sulfato de cálcio.
- Fechar o erlenmeyer e agitar várias vezes ou utilizar agitador circular durante 5 minutos.
- Filtrar e pipetar alíquota do filtrado claro e dosar o Ca^{++} e o Mg^{++} pelo EAA.
- Calcular a concentração do Ca^{++} e do Mg^{++} em cmol_c / ℓ .

25.3 Cálculo

$$\text{Gesso (cmol}_c / \text{kg)} = (a - b) \times 2$$

a = Ca^{++} em cmol_c / ℓ na solução de CaSO_4

b = $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ em cmol_c / ℓ na amostra

25.4 Reagente

Solução saturada de sulfato de cálcio - pesar 5g do $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, colocar em garrafa contendo um litro de água. Agitar várias vezes ou utilizar agitador circular durante 10 minutos. Filtrar e pipetar 5 ml do filtrado límpido; dosar o cálcio nessa alíquota e calcular a concentração desse íon em cmol_c/ℓ , que deve ser da ordem de $28 \text{ cmol}_c/\ell \text{ Ca}^{++}$.

25.5 Equipamento

Agitador mecânico circular.

Bureta digital.

Referências: EMBRAPA (1979); Richards (1954).

ENXOFRE

26.1 Princípio

Ataque da amostra com HCl 1:1, precipitação com BaCl₂, calcinação do BaSO₄ e determinação gravimétrica do precipitado. Esta determinação aliada ao baixo pH serve de referência para a caracterização de solos tiomórficos.

26.2 Procedimento

- Pesar 10g de solo e colocar em erlenmeyer de 500ml.
- Adicionar 50ml de HCl 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, completando o volume.
- Pipetar 50ml do extrato obtido para bécher de 250ml e adicionar 10 gotas de HNO₃ concentrado.
- Aquecer o extrato até início de ebulição, adicionando em seguida, gota a gota, 10ml de solução de BaCl₂ 10%, agitando com bastão de vidro até completa precipitação do sulfato (SO₄²⁻).
- Filtrar em papel de filtro isento de cinzas, lavando com água quente até que uma pequena porção do filtrado não apresente reação com AgNO₃ 5%.
- Colocar o precipitado retido no papel de filtro, bem dobrado, em cadinho de platina ou porcelana recém-tratado, levar para forno mufla e calcinar até temperatura de 750°C (rubro).
- Deixar esfriar em dessecador contendo sílica-gel ou CaCl₂ sólido e pesar com aproximação de 0,0001g.

Observação:

O ataque clorídrico 1:1 é empregado no Laboratório de Química do CNPS em lugar da fusão do solo com Na_2CO_3 por se tratar de método mais simples e equivalente a este.

26.3 Cálculo

$$S \text{ (g / kg)} = p \times 68,65$$

p = peso do precipitado (BaSO_4) em g

68,65 = fator de conversão de sulfato para enxofre

26.4 Reagentes

Solução de HCl 1:1 - medir 500ml de HCl concentrado em proveta graduada e completar o volume a 1ℓ com água.

Solução de BaCl_2 10% - pesar 100g do sal e dissolver em 1ℓ de água.

Solução de AgNO_3 5% - pesar 5g do sal e dissolver em 100ml de água.

26.5 Equipamento

Forno mufla com termostato e regulagem de temperatura até 1.200°C.

Referências: AOAC (1970); Bower & Wilcox (1965); EMBRAPA (1979); Nelson (1970); Richards (1954); Searle (1979).

MICROELEMENTOS

27.1 Princípio

Extração dos microelementos através de solução quelante (DTPA) ou solução mista de ácidos. A determinação dos elementos é feita por espectrofotometria de absorção atômica.

27.2 Procedimento

Duas técnicas de extração são descritas sucessivamente.

27.2.1 Método DTPA

- Pesar 10g de solo e colocar em erlenmeyer de 125ml.
- Adicionar 20ml da solução extratora DTPA.
- Agitar por 2h em agitador mecânico e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado determinar os micronutrientes por espectrofotometria de absorção atômica.

27.2.2 Método de Mehlich modificado

- Pesar 10g de solo e colocar em erlenmeyer de 125ml.
- Adicionar 50ml de solução extratora de Mehlich.
- Agitar por 5 minutos em agitador mecânico e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado determinar os micronutrientes por espectrofotometria de absorção atômica.

27.3 Reagentes

Solução extratora DTPA - pesar 14,92g de TEA, 1,967g de DTPA e 1,47g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ P.A. Colocar em balão volumétrico de 1 litro, contendo 900ml de água. Dissolver, ajustar o pH até 3 com HCl 1M e completar.

Soluções padrão Cu, Zn, Fe, Mn - diluir ampolas padronizadas conforme instruções, preparando padrões apropriados para cada elemento.

Solução extratora mista: HCl 0,05 N + H₂SO₄ 0,025 N - colocar em balão volumétrico de 1 litro contendo 500 ml de água, 4.0ml de HCl p.a (d = 1.19) e 0,7ml de H₂SO₄ p.a (d = 1,84). Completar o volume.

27.4 Equipamento

EAA.

Referências: Assumpção (1995); Bataglia & Rajj (1989); EMBRAPA (1979); Lindsay & Norvell (1969, 1978); Matar (1992); Mehlich (1953); Peck (1990); Sims (1989); Rajj & Bataglia (1991); Rajj (1994).

FÓSFORO ASSIMILÁVEL

28.1 Princípio

Fração do teor total de fósforo no solo, correspondente ao teor utilizado pelas plantas. Formação de complexo fósforo-molibdico de cor azul obtido após redução do molibdato com ácido ascórbico e determinação por EAM.

28.2 Procedimento

- Colocar 5g de solo em erlenmeyer de 125ml. Adicionar 50ml de solução extratora (HCl 0,05 N e H₂SO₄ 0,025 N).
- Agitar durante 5 minutos em agitador circular horizontal..
- Deixar decantar durante uma noite, tendo antes o cuidado de desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.
- Pipetar, sem filtrar, 25ml do extrato e passar para recipiente plástico.
- Pipetar 5ml desse extrato e colocar em erlenmeyer de 125ml; deixar o restante para determinação de K⁺ e Na⁺.
- Adicionar 10ml de solução ácida de molibdato de amônio diluída e aproximadamente 30mg de ácido ascórbico em pó, como redutor.
- Agitar durante 1 a 2 minutos no agitador circular horizontal.
- Deixar desenvolver a cor durante uma hora. Em seguida, fazer a leitura da densidade ótica no fotolorímetro, usando filtro vermelho (comprimento de onda de 660 mμ).

Observação:

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

28.3 Cálculo

$$P \text{ (mg/kg)} = L \times F_p \times 10$$

L = leitura da amostra

Determinação do fator F_p :

- colocar 10ml de cada solução padrão diluída em erlenmeyers de 125ml. Adicionar 20ml da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma "pitada" de ácido ascórbico. Proceder da mesma forma indicada para a determinação do fósforo no extrato de solo; anotar as leituras (em absorvância) correspondentes a cada padrão. O fator F_p é o coeficiente angular da reta que se obtém, cruzando-se os valores de concentração de fósforo (mg/kg) dos padrões no eixo das abcissas e as respectivas leituras no eixo das ordenadas.

- para a obtenção direta da concentração de P (mg/kg) no solo, o fator F_p deve ser multiplicado por 10, considerando que a concentração de fósforo na amostra sofreu diluição de 1:10 na extração.

28.4 Reagentes

Soluções extratoras - HCl 0,05 N e H₂SO₄ 0,025 N - adicionar 40ml de ácido clorídrico p.a. (d = 1,19) e 7,6ml de ácido sulfúrico p.a. (d = 1,84) em aproximadamente 5 litros de água, contidos em balão aferido de 10 litros; agitar e completar o volume com água. Pode-se usar baldes plásticos previamente aferidos.

Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada) - colocar 2g de subcarbonato de bismuto em aproximadamente 250ml de água contida em balão aferido de 1 litro; juntar, rapidamente, 150ml de ácido sulfúrico concentrado p.a. Verificar se todo o sal de bismuto foi dissolvido. Deixar

esfriar e adicionar solução recém-preparada de molibdato de amônio (20g para 200ml de água). Agitar e completar o volume com água.

Solução ácida de molibdato de amônio (diluída) - colocar 300ml de solução concentrada em balão aferido de 1 litro e adicionar água até completar o volume. Homogeneizar e guardar em frasco escuro.

Solução padrão de fósforo (50 mg/l de P) - pesar 0,2195g de KH_2PO_4 p.a., previamente seco em estufa a 105°C e dissolver em 3ml de H_2SO_4 concentrado e completar o volume com água.

Soluções padrão de fósforo (diluídas) - pipetar 10, 20, 30 e 40ml de solução padrão de 25 mg/l para balões aferidos de 250ml e completar o volume com a solução extratora; as quatro soluções possuem concentrações de 0,5 1 e 2mg/l de P; guardar em frascos tampados, com indicação das concentrações nos rótulos.

28.5 Equipamento

EAM.

Referências: EMBRAPA (1979); Mehlich (1953); Raij & Bataglia (1991); Raij & (1994); Sá Júnior et al. (1974); Vettori (1969).

ATAQUE TRIÁCIDO

29.1 Princípio

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

29.2 Procedimento

- Pesar 1g de solo e adicionar 2ml de HNO_3 e 2ml de HClO_4 . Usar bécher de teflon ou cadinho de Pt em banho de areia. Aquecer até evaporação completa. Deixar e esfriar.
- Adicionar 3ml de HClO_4 e 5ml de HF. Deixar em contato durante a noite; aquecer até evaporação completa, deixar esfriar.
- Repetir item acima.
- Adicionar 3ml de HClO_4 . Aquecer até evaporação completa. Deixar esfriar.
- Dissolver e suspender o resíduo com 8ml de água e 3ml de HCl. Aquecer até que a solução fique límpida. Transferir para balões de 50ml e colocar em estufa (70°C) durante a noite. Deixar esfriar e completar o volume.
- Determinar o Fe, Al e outros elementos por espectrofotometria de absorção atômica, preparando padrões apropriados para cada elemento.

29.3 Reagentes

HClO₄ concentrado.

HNO₃ concentrado.

HCl concentrado.

HF concentrado.

29.4 Equipamento

EAA.

Referências: Jackson (1958, 1974); Hillebrandt et al. (1953); Melo et al. (1984); Pratt (1965); Pratt & Alvahydo (1966).

EXPRESSÃO DOS RESULTADOS ⁽¹⁾

Determinações	1ª edição (1979)	2ª edição (1997)	Precisão (casa decimal)
1 pH (água, KCl, CaCl ₂)	-	-	1
2 Carbono orgânico	g/100g	g/kg	2
• Matéria orgânica	g/100g	g/kg	2
3 Nitrogênio total	g/100g	g/kg	2
4 Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e bases trocáveis	meq/100g	cmol _e /kg	1
• Alumínio trocável	meq/100g	cmol _e /kg	1
• Cálcio trocável	meq/100g	cmol _e /kg	1
• Magnésio trocável	meq/100g	cmol _e /kg	1
• Potássio trocável	meq/100g	cmol _e /kg	2
• Sódio trocável	meq/100g	cmol _e /kg	2
• Valor S (soma das bases)	meq/100g	cmol _e /kg	1
5 Acidez	meq/100g	cmol _e /kg	1
6 Hidrogênio extraível	meq/100g	cmol _e /kg	1
7 Valor T	meq/100g	cmol _e /kg	1
8 Valor V	%	%	0
9 Saturação com alumínio	%	%	0
10 Saturação com sódio	%	%	0
11 Troca compulsiva (CTC e CTA)	meq/100g	cmol _e /kg	2
12 Ponto de carga zero	-	-	2
13 Ataque sulfúrico	-	-	-

14	Sílica	g/100g	g/kg	1
15	Ferro no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	1
16	Alumínio no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	1
17	Titânio no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	2
18	Manganês no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	2
19	Fósforo no extrato sulfúrico	g/100g	g/kg	2
20	Ki e Kr (terra fina)	-	-	2
21	Relação Al_2O_3/Fe_2O_3	-	-	2
22	Ferro, alumínio, manganês e sílica livres	g/100g	g/kg	2
23	Sais solúveis			
	• Pasta saturada	%	%	0
	• Condutividade elétrica	mmhos/cm/25 °C	mS/cm/25 °C	1
	• Cálcio	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Magnésio	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Sódio	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Potássio	meq/l	cmol _e /kg	1
	• RAS	-	-	-
	• Carbonatos	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Bicarbonatos	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Cloretos	meq/l	cmol _e /kg	1
	• Sulfatos	meq/l	cmol _e /kg	1
24	CaCO ₃ (equiv.)	g/100g	g/kg	0
25	Necessidade de gesso	meq/100g	cmol _e /kg	2
26	Enxofre	g/100g	g/kg	2
27	Microelementos	ppm	mg/kg	0
28	Fósforo assimilável	ppm	mg/kg	0
29	Ataque triácido	g/100g	g/kg	1

⁽¹⁾ Os resultados são expressos na terra fina seca em estufa (105°C).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANASTÁCIO, M.L.A. **Fixação do fósforo nos solos brasileiros**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1968. 13p. (Boletim Técnico, 4).
- ANTUNES, F.S.; WERNICKE, J.; VETTORI, L. **Contribuição ao estudo da relação molecular sílica alumina (Ki) dos solos**. Rio de Janeiro: IME, 1975. (Publicação Técnica, 42).
- ARAÚJO, W.A.; VIANA, O.; ILCHENKO, W.; VIANA, S.L. Contribuição ao estudo do húmus brasileiro. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.271-291.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (Washington, D.C.). **Official methods of the Association of Agricultural Chemists**. 11. ed. Washington, 1970. 1.015p.
- ASSUMPCÃO, J.C. **Comparação dos extratores EDTA, DTPA e acetato de amônio NH₄OAc, com o extrator de Mehlich na determinação de micronutrientes em solos tropicais**. Rio de Janeiro: UFF, 1995. 110p. Dissertação Mestrado.
- BARRETO, W. de O. **Eletroquímica de solos tropicais de carga variável: capacidade da dupla camada elétrica**. Itaguaí: UFRRJ, 1986. 273p. Tese Doutorado.
- BASCOMB, C.L. Distribution of pyrophosphate - extractable iron and organic carbon in soils of various groups. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.19, p.251-268, 1968.
- BASCOMB, C.L. Rapid method for the determination of cation exchange capacity of calcareous and non-calcareous soils. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Essex, v.15, p.821-823, 1964.
- BATAGLIA, O.C.; RAIJ, B van. Eficiência de extratores de micronutrientes na análise de solos. **Revista Brasileira de Ciência de Solo**, Campinas, v.13, p.205-210, 1989.

- BATAGLIA, O.C.; FURLANI, A.M.C.; TEIXEIRA, J.P.F.; FURLAM, P.R.; GALLO, J.R. **Métodos de análise química de plantas**. Campinas: IAC, 1983. 48p. (IAC. Boletim Técnico, 78).
- BENNEMA, J. Oxissolos brasileiros. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., 1973, Santa Maria. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p.7-35.
- BEZERRA, G.E. **Cátions trocáveis em solos do Nordeste, determinações e comparação de métodos**. Fortaleza: DNOCS, 1974. (Boletim Técnico, 32).
- BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. 2v. (Agronomy, 9).
- BLAKEMORE, L.C.; SEARLE, P.L.; DALY, B.K. **Methods for chemical analysis of soils**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1981. (Scientific Report, 10A).
- BOWER, C.A.; WILCOX, L.V. Soluble salts. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. v.2, p.933-951. (Agronomy, 9).
- BRASIL. Ministério da Agricultura. Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agrônomicas. Instituto de Química Agrícola. **Métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, 1949. 66p. (IQA. Boletim Técnico, 11).
- BREMNER, J.M. Determination of nitrogen in soil by the kjeldahl method. **Journal of Agricultural Science**, Cambridge (Grã-Bretanha), v.55, p.11-33, 1960.
- CAMARGO, M.N. Incidência de alumínio permutável nos solos e proporção de ocorrência em diversas regiões do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., 1975, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1976. p.603-613.
- CASTRO, A.F. de; ANASTÁCIO, M.L.A.; BARRETO, W.O. de. Potássio disponível em horizontes superficiais de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v.7, p.75-80, 1972a.
- CASTRO, A.F. de; BARRETO, W. de. O.; ANASTACIO, M.L.A. Correlação entre pH e saturação de bases de alguns solos brasileiros. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v.7, p.9-17, 1972b.

- CATTANI, R.A.; KUPPER, A. Algumas características químicas dos solos do Estado de São Paulo e sua interpretação analítica. **Bragantia**, Campinas, v..6, p.147-164, 1946.
- CATTANI, R.A.; KUPPER, A. As formas "trocável e fixa" dos cátions K^+ e Mg^{++} nos solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v.9, p.185-92, 1949.
- DANTAS, H.S. da. **Complexo sortivo dos principais solos de Pernambuco**. Recife: IPEANE, 1967. 106p.
- DANTAS, M.S. de. **Determinação dos cátions permutáveis em solos contendo sais solúveis**. Recife: Instituto Agrônomo do Nordeste, 1961. (IAN. Boletim Técnico, 15).
- DEL NEGRO, G.; VETTORI, L. **Análise espectrográfica quantitativa pelo método da chama**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1938. 44p. (IQA. Boletim Técnico, 3).
- DEPARTAMENTO NACIONAL DE OBRAS CONTRA AS SECAS (Fortaleza, CE). **Métodos de análise adotados no Instituto José Augusto Trindade, São Gonçalo, PB**. Fortaleza, 1950. Mimeografado.
- DONAHUE, R.L. **Laboratory manual for introductory soils**. [S.l.]: Interstate, 1952. 151p.
- DURIEZ, M.A. de M. **Método rápido para determinação complexiométrica do ferro e alumínio em solos**. Rio de Janeiro: PUC, 1974. 43p. Dissertação Mestrado.
- DURIEZ, M.A. de M.; JOHAS, R.A.L.; BARRETO, W. de O. **Acidez extraível do solo: comparação entre as metodologias internacional e do Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (SNLCS)**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982a. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 10).
- DURIEZ, M.A. de M., JOHAS, R.A.L.; BARRETO, W.de O. **Método simplificado para determinação do K_i e K_r na terra fina**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS, 1982b. 10p. (EMBRAPA-SNLCS. Boletim de Pesquisa 2).
- DURIEZ, M.A. de M.; JOHAS, R.A.L. Alumínio trocável em solos; determinações espectrofotométricas pelo alaranjado de xilenol. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 18., 1981, Salvador. **Programa e resumos**. [S.l.]: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1981. p.25.

- DURIEZ, M.A. de M.; MELO, M.E.C.C.; JOHAS, R.A.L.; ARAÚJO, W.S. Apparent ECEC in some Brazilian soils and variable charges determined using three different extractors. In: INTERNATIONAL SOIL CLASSIFICATION WORKSHOP, 8., 1986, Rio de Janeiro. **Proceedings**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SNLCS/USDA/University of Puerto Rico, 1988. P.49-55. Part 1: papers.
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. 271p.
- ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service. Soil Survey Laboratory Staff. **Soil survey laboratory methods manual**. Washington, 1992.(USDA. Soil Survey Investigation Report, 42).
- FASSBENDER, H.W. **Química de suelos con enfase en suelos de América Latina**. Turrialba: IICA, 1975. 398p.
- FEIGENBAUM, S.; HAGIN, J. Evaluation of methods for determining available soil based on potassium on uptake by plants. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.18, p.197-203, 1967.
- FRANZMEIER, D.P.; HAJEK, B.F.; SIMONSON, C.H. Use of amorphous material to identify spodic horizons. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.29, p.737-743, 1965.
- FRATTINI, C.T.A.; KALCKAMN, R.E. Correlação entre alguns métodos de determinação do carbono. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v. 2, p.259-261, 1967.
- FREITAS, G.C. Do fósforo na terra e sua dosagem. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.109-144.
- FREITAS, L.M.M.; PRATT, P.F.; VETTORI, L. Testes rápidos para estimar as necessidades de calcário de alguns solos de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.3, p.159-164, 1968.
- GILLMAN, G.P. A proposed method for the measurement of exchange properties of highly weathered soils. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.17, n.1, p.129-139, 1979.
- GILLMAN, G.P.; BELL, L.C. Soil solution studies on weathered soils from tropical North Queens land. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v. 16, n.1, p.66-77, 1978.

- GILLMAN, G.P.; BRUCE, R.C.; DAVEY, B.G.; KIMBLE, J.M.; SEARLE, P.L.; SKJEMSTAB, J.O. A comparison of methods used for determination of cation exchange capacity. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.14, n.11, p.1005-1015, 1983.
- GILLMAN, G.P.; FOX, R.L. Increases in the cation exchange capacity of variable charges soils following superphosphate applications. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.14, n.5, p.934-938, 1980.
- GUIMARÃES, G.A.; BASTOS, J.B.; LOPES, E.C. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém: Instituto de Pesquisa Agropecuária do Norte, 1970. 108p. (IPEAN. Boletim Técnico, 1).
- HADDAD, K.S.; J.C. EVANS. Assentment of chemical methods for extracting zinc, manganese copper and iron from New South Wales Soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.24, p.29-44, 1993.
- HILLEBRAND, W.F.; LUNDELL, G.E.; BRIGHT, H.A.; HOFFMANN, J.I. **Applied inorganic analysis with special refence to the analysis of metals, minerals and rocks**. 2. ed. New York: J. Wiley, 1953.
- HOLMGREN, G.G.S. A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.31, p.210-211, 1967.
- HOROWITZ, A. **Determinação fotométrica das bases trocáveis do solo**. Fortaleza: DNOCS, 1952. 32p. (Publicação, 151-1A).
- ILCHENKO, V.; MENDES, J.F. Algumas modificações no processo de Truog-Drosdoff para a determinação de SiO₂, Al₂O₃ livres nos colóides do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p.103-108.
- ILCHENKO, V.; SEILER, F.S.S.; MENDES, J.F. Estudos sobre o manganês em alguns solos de Minas Gerais. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p.93-102.
- JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498p.
- JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis: advanced course**. Madison: University of Wisconsin, 1974. 895p.

- JUO, A.S.R. **Selected methods for soil and plant analysis**. Ibadan: International Institute of Agriculture, 1978. 52p.
- JUO, A.S.R.; AYANLAJA, S.A.; OGUNWALE, J.A. An evaluation of cation exchange capacity measurements for soils in the tropics. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.7, p.751-61, 1976.
- KAMPRATH, E.J. Exchangeable aluminium as a criterion from liming leached mineral soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.34, p.252-254, 1970.
- KASTER, G.; POETSCH, E. Comparação entre agitação e percolação na extração de permutáveis. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.183-187.
- KEHRIG, A.G. **As relações Ki e Kr no solo**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 67p. (IQA. Boletim Técnico, 13).
- 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. (IQA. Boletim Técnico, 12).
- KEHRIG, A.G.; SETTE, M.E. **Determinação do Al₂O₃ na terra fina**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1952. 29p. (IQA. Boletim Técnico, 26).
- KILMER, V.J. The estimation of free iron oxides in soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.24, p.420-421, 1960.
- KOLTOFF, I.M.; SANDELL, E.B. **Textbook of quantitative inorganic analysis**. New York: MacMillan, 1949. 794p.
- LEAL, J.R.; BARRETO, W. de O. Ponto de carga zero de um horizonte dos Latossolos examinados pela III Reunião de Classificação e Correlação de Solos-SNLCS. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p.135-137
- LIN, C.; COLEMAN, N.T. The measurement of exchangeable aluminium in soil and clays. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 29, p.374-378, 1965.

- LINDSAY, W.L.; NORVELL, W.A. Development of DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.42, p.421-428, 1978.
- LINDSAY, W.L.; NORVELL, W.A. Equilibrium relations hips of Zn^{+2} , Fe^{+3} , Ca^{+2} and H^{+} with EDTA and DTPA in soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.42, p.421-428, 1969.
- LOPES, H.D.S. Ensaio sobre determinação do alumínio dos solos com crestamento. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 5., 1955, Pelotas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1959. p.105-110.
- LOVEDAY, J. (Ed.). **Methods for analysis of irrigated soils**. Camberra: CSIRO-Division of Soils, 1974. 208p. (CSIRO. Technical Communication, 54).
- McKEAGUE, J.A.; J.H. DAY. Dithionite and oxalate extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v.46, p.13-32, 1966.
- McLEAN, E.O.; HEDLESON, M.R.; BARTLETT, R.J.; HOLOWAYCHUK, D.R. Aluminium in soils: I. Extraction methods and magnitud clays in Ohio soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.22, n. 5, p.382-387, 1958.
- MARQUES, B.H.R. **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. (IQA. Boletim Técnico, 61).
- MARQUES, B.H.R. A propósito da determinação do fósforo assimilável no solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.281-7.
- MATAR, A.E. Soil testing as a guide to fertilization in west Asia and North Africa (Wana) region. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 23, p.2075-2085,1992.
- MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH_4** . Raleigh: North Carolina Soil Testing Division, 1953. p.195B. Mimeografado.
- MEHRA, O. P.; JACKSON, M.L. Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 7. **Proceedings**. New York: Pergamon, 1960. p.317-327.

- MELO, M.E.C.C.; JOHAS, R.A.L.; DURIEZ, M.A. de M.; ARAÚJO, W.S. Teores de ferro na terra fina e na argila por ataques sulfúrico e triácido e extração pelo CBD. In: EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Correlação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Investigações coligadas em variedades selecionadas de Latossolos do Brasil Sudeste e Sul**: exposição provisória de informações preliminares; contribuição à III Reunião de Classificação, Correlação de Solos e Interpretação da Aptidão Agrícola. Rio de Janeiro, 1984. p.68-79.
- METSON , A.J. **Methods of chemical analysis for soil survey samples**. Wellington: New Zeland Soil Bureau, 1956. 208p. (Bulletin, 12).
- MOHR, W. Análise de solos para fins de assistência aos agricultores. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.185-215.
- MOHR, W.; CARVALHO, M.C. Contribuição para o conhecimento de combinações de fósforo nos solos do Rio Grande do Sul. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2., 1949, Campinas. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1953. p.131-143.
- MORRISON, I.R.; WILSON, A.L. The absorptiometric determination of silicon in water: formulation stability and reduction of molybdosilic acids; part. 1. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v.88, p.88-99, 1963a.
- MORRISON, I.R.; WILSON, A.L. Methods for determining "reactive" silicon in powerstation water. **Analyst**, Cambridge (Grã-Bretanha), v.88, p.100-04, 1963b.
- NELSON, R.E. Semimicro determination of sulfate in water extracts of soil. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.34, p.343-345, 1970.
- OLMOS ITURRI LARACH, J.; CAMARGO, M.N. Ocorrência de alumínio tóxico nos solos do Brasil; sua caracterização e distribuição. **Ciência e Cultura**, São Paulo, v.28, n.2, p.171-180, 1976.
- PAIVA NETTO, J.E.; CATTANI, R.A.; KUPPER, A. Contribuição ao estudo de métodos analíticos e de extração para caracterização química dos solos do Estado de São Paulo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.79-108.
- PECK, T.R. Soil testing: past, present and future. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.21, p.1165-1186, 1990.

- PEECH, M. Hydrogen-Ion Activity. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965a. part 2, p.914-926. (Agronomy, 9).
- PEECH, M. Lime requirement. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965b. part 2, p.927-932. (Agronomy, 9).
- PEECH, M.; ALEXANDER, L.T., DEAN, L.A.; REED, J.F. **Methods of soil analysis for soil fertility investigations**. Washington: USDA, 1947. 25p.
- PEECH, M.; COWAN, R.L.; BAKER, J.H. A critical study of the BaCl₂ - Trietanolamina and the amonium acetate methods for determining the hydrogen content of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.26, p.37-40, 1962.
- PERRAUD, E.; AGUIAR, A.C.; MUNIZ, E.M. **Métodos de análise utilizados no laboratório de Pedologia do Instituto de Geociência da UFBA, Salvador**. Salvador: UFBA, 1976. Mimeografado.
- PRATT, P.F. Digestion with hydrofluoric and percholoric acids for total Potassium and Sodium. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 2, p.1019-1021. (Agronomy, 9).
- PRATT, P.F.; ALVAHYDO, R. Características de permuta de cátions de alguns solos do Estado de São Paulo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Rio de Janeiro, v.1, p.104-106, 1966.
- RAMOS, F.; KEHRIG, A.G. Descrição e crítica dos métodos de análise. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.583-604.
- RICHARDS, L.A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954. 160p. (Handbook, 60).
- RICHARDS, L.A.; ATTOE, O.J.; MOSKAL, S.; TRUOG, E. A Chemical method for determining available soil nitrogen. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 7., 1960, Madison. **Transactions**. Groningen: International Society of Soil Science, [1960?]. p. 28-35.
- RAIJ, B. van. A capacidade de troca de cátions das frações orgânicas e mineral em solos. **Bragantia**, Campinas, v.28, p.85-112, 1969.

- RAIJ, B. van. New diagnostic techniques, Universal soil extractants. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.25, n.7/8, p.799-816, 1994.
- RAIJ, B. van. Seleção de métodos de laboratório para avaliar a disponibilidade de fósforo em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.2, p.1-9, 1978.
- RAIJ, B. van; BATAGLIA, O.C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, C.P. **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa do Potássio e do Fosfato, 1991. p.333-335.
- RAIJ, B. van; PEECH, M. Electrochemical properties of some oxisols and alfisols of the tropics. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.36, n.4, p.587-593, 1972.
- RAIJ, B. van; VALLADARES, J.M.A.S. **Análise dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1979. 23p. (IAC. Boletim Técnico, 16).
- SÁ JUNIOR, J.M.P.; ARAUJO, S.M.C. de.; GALVÃO, S.J.; VASCONCELLOS, A.L. de; OLIVEIRA, E.S.C. Avaliação de métodos de análise química para fósforo disponível em solos da Zona Litoral-Mata de Pernambuco. **Pesquisa Agropecuária Brasileira Série Agronomia**, Rio de Janeiro, v.9, p.27-33, 1974.
- SCHALES. O.; SCHALES, S.S. A simple and accurate method for the determination of chloride in biological fluids. **Journal of Biological Chemistry**, Bethesda, v.140, p.879-884, 1941.
- SCHOFIELD, R.K.; TAYLOR, A.W. Measurement of the activities of bases in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.6, p.137-146, 1955.
- SCHOLLENBERGER, C.J. Determination of soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v. 59, p.53-56, 1945.
- SCHOLLENBERGER, C.J. A rapid approximate method for determining soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v.24, p.65-68, 1927.
- SEARLE, P.L. Measurement of adsorbed sulphate in soils-effect of varying soil extractant ratios and methods of measurement. **New Zeland Journal of Agricultural Research**, Wellington, v.22, 287-290, 1979.

- SEILER, F.E.E.; ILCHENKO, V. O manganês na série dos cátions trocáveis do solo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 4., 1953, Belo Horizonte. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1956. p.83-91.
- SETZER, J. As características dos principais tipos de solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v.1, n. 4, p.255-359, 1941.
- SHAW, W.M. Determination of exchangeable hydrogen and lime requirement of soils. **Journal of the Association of Official Agricultural Chemists**, Washington, v.32, p.437-452, 1949.
- SHAW, W.M.; McINTIRE, W.H. Exchangeable hydrogen as determined by various procedures in relation to the soils capacity of calcite decomposition. **Journal of the Association Official Agricultural Chemists**, Washington, v.34, p.471-492, 1951.
- SHERMAN, G.D.; KANEHIRO, Y. Titanium. In: BLACK, C.A. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1965. part 2, p.974-979. (Agronomy, 9).
- SIMS, J.T. Comparison of Mehlich 1 and Mehlich 3 extractants for P, K, Ca, Mg, Cu and Zn in Atlantic Coastal Plain Soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.20, p.1707-1726, 1989.
- SIQUEIRA, C. **Eletroquímica de solos de carga variável: efeitos da matéria orgânica**. Itaguaí: UFRRJ, 1985. 113p. Tese Doutorado.
- STRAUSS, E. Determinação do fósforo assimilável em solos de Pernambuco. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 3., 1951, Recife. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.515-521.
- STRICKLAND, J.D. The preparation and properties of silicomolybdic acid. **Journal of the American Chemical Society**, Washington, v.74, p.862-872, 1972.
- TUCKER, B.M.; BEATY, H.J. Exchangeable cations and cation exchange capacity. In: **METHODS for analysis of irrigated soils**. Slough: Commonwealth Agricultural Bureaux, 1974. (Technical Communication, 54).
- UEHARA, G.; GILLMAN, G. **The mineralogy, chemistry and physics of tropical soils with variable charge clays**. Boulder: Westview, 1981. 170p. (Westview Tropical Agriculture Series, 4).

- UEHARA, G.; VALLADARES, J.M.A.S. **Análises dos elementos maiores de rochas, argilas e solos**. Campinas: IAC, 1974. 23p. (IAC Boletim Técnico, 16).
- VELLOSO, A.C. **Características de alguns solos sob vegetação de cerrado da região Amazônica**. Itaguaí: UFRRJ, 1976. 91p. Tese Livre Docência.
- VELLOSO, A.C.; LEAL, J.R.; SANTOS, G.A. Ponto de carga zero de Latossolos caulíníficos e Latossolos gibbsíticos sob cerrado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 16., 1977, São Luis. **Resumos dos trabalhos**. São Luís: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1977. p.33.
- VERDADE, F.C. da. Ação da água oxigenada sobre a matéria orgânica do solo. **Bragantia**, Campinas, v.13, n.24, p.287-295, 1954.
- VERDADE, F.C. da. Influência da matéria orgânica na capacidade de troca de cátions do solo. **Bragantia**, Campinas, v.15, p.35-42, 1956.
- VETTORI, L. **Determinação da necessidade de cal dos solos**. Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1948. 36 p. (Boletim Técnico, 7).
- VETTORI, L. Ki e Kr na terra fina e argila. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 7., 1959, Piracicaba. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileiro de Ciência do Solo, 1971. p.35.
- VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 34p. (Boletim Técnico, 7).
- VETTORI, L.; FIGUEREDO, T.P. Sobre a determinação de SiO₂ em solos. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 1., 1947, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1950. p.145-154.
- WADA, K. Allophane and imogolite. In: DIXON, J.B.; WEED S.B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. 2. ed. [S.l.]: Soil Science Society of America, 1989. p.1051-1087.
- WALKLEY, A. A critical examination of a rapid method for determination, organic carbon in soils: effects of variations in digestion conditions and organic soils constituents. **Soil Science**, Baltimore, v.63, p.251-263, 1946.
- 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, v.37, p.29-38, 1934.

YUAN, T.L. Determination of exchangeable hydrogen in soils by titration method. **Soil Science**, Baltimore, v.88, n.3, p.164-167, 1959.

Parte III

Análises Mineralógicas

CONFECÇÃO DE LÂMINAS DELGADAS DE SOLO

1.1 Princípios

Para o estudo microscópico do solo em estado natural, são preparadas lâminas delgadas com blocos de solo indeformados. Amostras de solo são em geral muito frágeis para poderem ser cortadas ou polidas sem que se faça uma estabilização pela impregnação com algum material endurecedor.

O material de impregnação deve possuir viscosidade baixa, ter mudança mínima de volume ao endurecer e não ser polar. Quando estabilizado, o material de impregnação deve ser duro à temperatura ambiente, incolor e isotrópico na secção delgada. As condições de impregnação não podem afetar o arranjo interno dos constituintes, nem mudar-lhes as propriedades óticas. Após o endurecimento, o bloco de solo é cortado, polido e colado na lâmina de vidro, quando finalmente é desbastado até atingir espessura que possibilite sua análise ao microscópio petrográfico.

1.2 Procedimento

O método de preparação da lâmina deve ser tal que não altere as características naturais do solo, sendo portanto uma função da natureza da amostra e dos objetivos da análise. Materiais orgânicos ou solos minerais com argila de atividade alta devem ser mantidos úmidos, pois a secagem pode causar modificações drásticas em sua morfologia.

Preparações cujo objetivo seja a quantificação de espaço poroso devem também permanecer com os poros sempre preenchidos, seja qual for o material que constitui a amostra. Nesses casos, as amostras não devem ser secas e impregnadas, como no procedimento aqui descrito. A metodologia mais adequada para esses casos está descrita em Fitzpatrick (1984) e Langton & Lee (1965).

1.2.1 Embalagem e Identificação da Amostra

- Identificar a amostra, com as informações (perfil, horizonte, orientação, etc.), em papel colocado no fundo do recipiente de impregnação, com a face escrita para baixo. Usar grafite ou tinta permanente (tipo nanquim), para que não fique ilegível após a impregnação.
- Colocar cuidadosamente a amostra no recipiente de impregnação, sobre o papel de identificação.

Observação:

Se a amostra for coletada em caixa de Kubiena, retirar a tampa mas não retirar o aro.

1.2.2 Secagem da Amostra

- Colocar o recipiente de impregnação com a amostra em local arejado por 24h.
- Levar para estufa a 40°C por 48h.

1.2.3 Impregnação da Amostra

- Colocar o recipiente com a amostra dentro do dessecador, tomando cuidado de verificar se está bem localizada sob a saída de resina. Se o material for argiloso e consistente, pode-se retirar neste momento o aro da caixa de Kubiena.
- Colocar a tampa do dessecador, fechar a torneira da base do funil e abrir a válvula de vácuo.
- Preparar num bécher a mistura de resina, agitando bastante com o bastão. A quantidade de mistura deve ser suficiente para cobrir totalmente a amostra e ainda ter um excesso de 1cm.
- Transferir a mistura para o funil. Ligar a bomba, fazendo vácuo no interior do dessecador, até a pressão atingir 0,1mm. Fechar a válvula de vácuo. Abrir lentamente a torneira do funil, deixando a mistura impregnadora cair vagarosamente no recipiente da amostra, até que o nível fique 1cm acima do topo da amostra (inicialmente a resina borbulha vigorosamente. Pode-se diminuir a velocidade do escoamento da mistura para controlar o borbulhamento). Fechar a torneira do funil.
- Desligar a bomba e desfazer o vácuo lentamente. Retirar o recipiente com a amostra e deixar à temperatura ambiente dentro da capela ou em local arejado, por 2 semanas (se necessário, na primeira semana deste período, à medida que o solvente da mistura impregnadora se evapora, adicionar mais mistura para evitar que a amostra fique exposta).

- Limpar o interior do dessecador com acetona, imediatamente após o uso.
- Levar o recipiente com a amostra à estufa a 40°C por 1 a 2 semanas, quando a amostra estará pronta para ser cortada e polida.

Observação:

O dessecador, ou máquina de impregnação, deve ser colocado na capela e o operador deve trabalhar com máscara e luvas de proteção.

O aumento ou a diminuição da quantidade de catalisador altera a velocidade de endurecimento da mistura. Para materiais muito argilosos, pode-se diminuir a quantidade de catalisador, tornando a mistura mais fluida por mais tempo, possibilitando maior sucesso na impregnação.

1.2.4 Montagem e Polimento da Amostra

- Utilizando a serra, retirar do bloco impregnado uma fatia de aproximadamente 5mm de espessura.
- Polir uma das faces da fatia na máquina de polimento rotativo, usando esmeril de granulação 600.
- Lavar a face polida da fatia em água corrente, deixar secar e colar na lâmina de vidro com araldite transparente ultra-rápido. Colocar na prensa por 24h.
- Desbastar a fatia colada na máquina de polimento rotativo, usando carborundum de granulação 600, até esta atingir a espessura aproximada de 0,1mm (100 μ m).
- Dar o polimento final com carborundum de granulação 1.000 até obter uma lâmina de aproximadamente 30 μ m de espessura, o que se reconhece pela cor dos grãos de quartzo, que nessa espessura varia de branca a cinza-escura, quando observados em microscópio com os nicóis cruzados.
- Lavar a lâmina de solo, deixar secar e cobrir com lamínula de vidro, usando araldite transparente ultra-rápido (caso as dimensões da preparação permitam).

Observação:

A espessura final da preparação depende da natureza do material e do objetivo da análise. No caso de amostras muito arenosas ou de material cujo objetivo é observar estruturas frágeis de argila como os cutãs, é mais conveniente lâminas com um pouco mais de 30 μ m de espessura. Em outros casos, é fundamental que a lâmina tenha menos de 30 μ m de espessura, por

exemplo, quando observações da anisotropia da fração argila (plasma) são um aspecto importante da análise.

1.3 Reagentes

Mistura de resina - resina (Polilyte T-208) + monômero de estireno na proporção de 1:1 + 2 gotas de catalisador para cada 100ml de resina.

Catalisador - peroxol (peróxido de metil-etil-cetona).

Carborundum - granulação 600 e 1.000.

Observação:

A resina Polilyte T-208 tem a vantagem de ser transparente e assim permanecer ao longo do tempo. As resinas de poliéster não podem ser usadas para amostras que tenham como objetivo a análise ao microscópio eletrônico. Neste caso, utilizar resina epoxy.

1.4 Equipamento

Estufa com regulagem de temperatura.

Dessecador com funil acoplado (Figura 4) e *bomba de vácuo ou máquina para impregnação.*

Bomba de água.

Serra elétrica com disco de diamante.

Prensa.

Máquina de polimento rotativo.

Micrômetro.

Microscópio petrográfico.

Referências: FitzPatrick (1984); Langton & Lee (1965).

DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

2.1 Princípios

A amostra de argila em estado pastoso ou em suspensão é colocada em lâmina de vidro sob a forma de uma fina película para que as lamelas dos minerais planares fiquem paralelas umas às outras, intensificando assim seus picos diagnósticos. A identificação de minerais não planares, como quartzo, feldspato óxidos cristalinos de ferro e alumínio, pode ser feita na amostra seca, em pó, montada em porta amostra do tipo “janela”.

A identificação de argila 2:1 é feita através das mudanças de comportamento do mineral ao ser submetido a tratamentos químicos e térmicos. A cada etapa, a amostra é levada ao difratômetro, quando possibilidades de identificação vão sendo confirmadas ou eliminadas.

2.2 Procedimento

2.2.1 Amostra orientada

- Separar a fração argila (Física - método 25).
- Colocar um pouco de argila em estado pastoso sobre uma lâmina de vidro, com o auxílio de uma espátula. Com outra lâmina, friccionar o material, quantas vezes forem necessárias para formar uma película fina.
- Secar à temperatura ambiente.
- Levar ao difratômetro.

Observação:

Se este primeiro difratograma mostrar reflexos superiores a 1,2 nm, proceder como descrito no item 2.2.3.

O fracionamento em argila grossa e fina, assim como uma separação mais precisa da argila total, é feito com o método da centrífuga.

Caso a quantidade de amostra seja muito pequena, preparar uma suspensão de argila em água destilada e gotejar a suspensão sobre a lâmina com o auxílio de uma seringa ou pipeta.

2.2.2 Amostra em pó (não orientada)

- Secar a amostra ao ar ou em estufa a 40°C.
- Preencher a janela com a amostra em pó, sem exercer pressão.
- Levar ao difratômetro.

Observação:

Se o porta amostra do difratômetro for vertical, colocar um pouco de cola plástica dentro da janela antes de preenchê-la com a amostra em pó. Esperar a cola secar um pouco antes de levar ao difratômetro.

2.2.3 Identificação de argila 2:1

- Pesquisar cerca de 10mg de argila.
- Eliminar a matéria orgânica. Caso a amostra contenha menos de 1% de C orgânico, esta etapa pode ser dispensada.
- Deferrificar a amostra (Química - método 22.1).
- Separar uma parte da amostra e preparar uma lâmina como descrito no item 2.1. Esperar secar e levar ao difratômetro.
- Dividir o restante da amostra em duas partes iguais. Submeter uma das partes à saturação com Mg e a outra à saturação com K.

a) Oxidação da matéria orgânica

- Pesquisar pequena quantidade de amostra contendo aproximadamente 1g de argila em um bécher de 250ml. Colocar em placa aquecedora.
- Umedecer a amostra com água e adicionar 1ml ou mais, se necessário, de H₂O₂ 30%, até que a decomposição da matéria orgânica seja completa e o sobrenadante ficar claro. No caso de excessiva efervescência, esfriar o bécher com água fria. Manter o bécher coberto com vidro de relógio.

- Deixar o bécher na placa aquecedora em fervura branda por aproximadamente 1h para remover o H_2O_2 . Acrescentar água, centrifugar e descartar o sobrenadante. Secar.

b) Tratamento com Magnésio

- Colocar a amostra em tubo de centrifuga de 100ml.
- Adicionar 5 ml de solução de $MgCl_2$ 1M.
- Deixar em contato por 12 horas.
- Centrifugar por 15 min.
- Descartar o sobrenadante e adicionar 5 ml de água destilada.
- Centrifugar por 15 min e descartar o sobrenadante.
- Repetir a operação de lavagem mais 2 vezes.
- Confeccionar a lâmina.
- Colocar o etileno glicol em uma placa de petri no fundo do dessecador acoplado à bomba de vácuo.
- Colocar a lâmina Mg-saturada sobre a porcelana perfurada do dissecador e submetê-la à atmosfera de etileno glicol por 24 horas.
- Levar ao difratômetro.

c) Tratamento com Potássio

- Proceder como no tratamento com magnésio até o oitavo item, substituindo o $MgCl_2$ por KCl 1M.
- Levar a lâmina K-saturada ao difratômetro.
- Posteriormente aquecê-la a 110, 350 e 550°C em forno mufla por 2 horas, levando ao difratômetro após cada aquecimento.

2.3 Interpretação

Os difratogramas de raios x mostram picos que correspondem aos valores (espaçamentos) dos minerais em Å(ångstrons) que são obtidos através da escala 2θ na base do difratograma. A identificação dos minerais é feita com a utilização das fichas de dados de difração de JCPDS (Centro Internacional de Dados de Difração).

2.4 Reagentes

Mistura de etileno glicol e água na proporção de 1:4.

Solução de MgCl₂ 1M - dissolver 102g do sal em água e elevar a 1ℓ.

Solução de KCl 1M - dissolver 74,5g do sal em água e elevar a 1ℓ.

2.5 Material

Lâminas de vidro pequenas (± 45 x 25mm) para microscopia.

Espátula pequena.

Porta-amostra do tipo "janela".

Cola plástica.

2.6 Equipamento

Forno mufla.

Estufa graduada.

Dessecador com bomba de vácuo acoplada.

Difratômetro de raios x.

Referências: Estados Unidos (1984).

ANÁLISE MINERALÓGICA DE GRÃOS

3.1 Princípios

As frações calhaus (20cm – 2cm) e cascalho (2cm – 2mm) que compõem os fragmentos grosseiros do solo, são obtidos por separação granulométrica no laboratório de física (Física - método 1.2). São constituídas por grânulos minerais (isolados e/ou agregados), litofragmentos (fragmentos de rocha) e concreções. Incluem-se, apenas, na fração cascalho os restos orgânicos vegetais e/ou animais e carvão.

As frações areia grossa (2 - 0,2mm) e areia fina (0,2 - 0,05mm) de solos fazem parte da terra fina seca ao ar (TFSA), de acordo com a classificação textural brasileira, separadas por análise granulométrica (Física - métodos 1.16.1 e 2). São compostas por grânulos minerais (isolados e/ou agregados), concreções, litofragmentos, restos orgânicos vegetais e/ou animais e carvão.

Na caracterização mineralógica das espécies minerais, litofragmentos e concreções, tem-se empregado o microscópio estereoscópio (lupa), microscópio petrográfico e ocasionalmente difração de raios X para os grânulos de natureza duvidosa ou alterada. Utilizam-se microtestes químicos para o manganês e carbonatos quando presentes nos constituintes mineralógicos.

3.2 Procedimento

3.2.1 Exame sob lupa binocular

As amostras vêm do laboratório de física, com identificação do horizonte e fração granulométrica correspondente.

Para homogeneização do material, agita-se a amostra e, para a análise, coloca-se uma porção em placa de petri.

As concreções e minerais magnéticos, quando presentes na amostra, são afastados para um dos quadrantes da placa de petri com auxílio

de ímã, para não dificultar o exame dos outros componentes da amostra e facilitar o seu reconhecimento e a estimativa percentual.

A presença de manganês e/ou carbonatos, na constituição e/ou recobrimdo os minerais e outros componentes mineralógicos (concreções e litofragmentos), são detectados por meio de microtestes químicos. Basta adicionar algumas gotas de HCl 1:1 a frio sobre o material selecionado que apresentará reação de efervescência, se houver carbonatos presentes. O mesmo procedimento se aplica ao usar o peróxido de hidrogênio (H₂O₂) 1:1 a frio, apresentando reação de efervescência na presença de manganês.

Seleção dos grânulos minerais transparentes para exame em microscópio polarizante, quando estes não apresentarem evidências de alteração que impossibilite o seu reconhecimento.

No exame das concreções e litofragmentos são determinados cor, brilho, dureza, forma e natureza. Nas espécies minerais são verificadas cor, forma, clivagem, macla, fratura, dureza, morfoscopia e morfometria.

A estimativa semiquantitativa visual é efetuada por meio de quarteamento da amostra, em placa de petri com auxílio de uma espátula, e seleção de um dos quadrantes como referência para determinação percentual aproximada, dos constituintes mineralógicos.

3.2.2 Exame em microscópio petrográfico

- Seleção dos grãos examinados em lupa, com pinça e/ou estilete.
- Disposição dos grãos sobre uma lâmina.
- Adição de algumas gotas de água.
- Cobertura com uma lamínula.

Observação:

Existem várias restrições em não se empregar a metodologia padrão adotada em exame ótico dos minerais transparentes.

Remoção da matéria orgânica, carbonatos, sais solúveis e óxidos de ferro. Limitação: os restos orgânicos, principalmente dos horizontes superficiais, dificultam a análise semiquantitativa visual e a seleção das espécies minerais; as películas de material carbonatado, ferruginoso e manganoso que recobrem as espécies minerais e litofragmentos, impedem a sua identificação.

Separação densimétrica e magnética. Limitação causada pela presença de minerais, leves e pesados, na mesma amostra, incluindo opaco (magnético e não magnético), concreções e restos orgânicos que dificultam a seleção, identificação e estimativa percentual.

Uso de quarteadores. Limitação ao quarteamento manual aleatório e em quantidades variáveis de amostras; a homogeneização não é suficiente, principalmente, para os minerais leves (micas), pesados, concreções e restos orgânicos.

Montagem de lâminas. Limitação ao emprego de água na confecção de lâminas temporárias, porque apresentam a desvantagem de dissolver espécies minerais solúveis em água e restringir o procedimento das características óticas em exame microscópio petrográfico.

Referências: Pissara et al. (1965); Portas & Furtado (1964).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALEIXANDRE, T.; PINILLA, A. Algunas modificaciones en las técnicas aplicadas al estudio mineralógico de fracciones gruesas o arenas. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 27, n. 7/8, p. 563-567, 1968.
- DELGADO, M.; DORRONSORO, C.; GUARDIOLA, Y.L. Técnica de obtención y preparación de las arenas gruesas de suelos para su estudio óptico. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v.31, n. 1/2, p.143-150, 1972.
- DORRONSORO, C. Empleo del microscópio petrográfico para la observación y micro fotografía de objetos tridimensionales. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v.30, n. 9/10, p.1005-1012, 1971.
- ENGELHARDT, W.; FUCHTBAUER, H.; MULLER, G. Sedimentary_petrology. In: MULLER, G. **Methods in sedimentary petrology**. Stuttgart: E. Schweizerbart'sche, 1967. part. 1, 283p.
- ESTADOS UNIDOS. Department of Agriculture. Soil Conservation Service. **Soil survey methods and procedures for collecting soil samples**. Washington, 1984. 63p. (USDA. Soil Survey Investigation Report, 1.).
- FITZPATRICK, E.A. **Micromorphology of soils**. London: Chapman and Hall, 1984. 433p.
- HOYOS, A.; GONZALES PARRA, J.; FERNANDEZ BERMEJO, M.C.; RUANO, S. Estudio de la fracción ligera de arenas en suelos con pequeño desarrollo. I. Tinción con hemateína. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 43, n. 1/2, p.28-42, 1984.
- HOYOS, A.; GONZALES PARRA, J.; FERNANDEZ BERMEJO, M.C.; RUANO, S. Estudio de la fracción ligera de arenas en suelos con pequeño desarrollo. II. Tinción con cobaltinitrito. **Anales de Edafología y Agrobiología**, Madrid, v. 43, n. 1/2, p. 43-49, 1984.
- LANGTON, J.E.; LEE, G.B. Preparation of thin sections from moist organic soil materials. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.29, p.221-223, 1965.

- PARFENOVA, E.I.; YARILOVA, E.A. **Mineralogical investigations in soil science**. Jerusalem: Program for Scientific Translations, 1965. 178p. Tradução de A. Gourevitch e N. Kaner.
- PISSARA, J.B.; CARDOSO, J.C.; GARCIA, J.S. **Mineralogia dos solos de São Tomé e Príncipe**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1965. 144p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 118).
- PORTAS, C.A.M.; FURTADO, A.F.A.S. **Reserva mineral e minerais da areia de alguns solos da cela (Angola)**. Lisboa: Junta de Investigações do Ultramar, 1964. 123p. (Estudos, Ensaios e Documentos, 115).
- STOOPS, G. Visual aid for the estimation of grain sizes in thin sections. **Anales de Edafologia y Agrobiologia**, Madrid, v.40, n.11/12, p.2289-2291, 1981.