

Análise de Solo para Ciências Agrárias

Sérgio Brazão e Silva



ANÁLISE DE SOLO PARA CIÊNCIAS AGRÁRIAS

2ª Edição



SÉRGIO BRAZÃO E SILVA

ANÁLISE DE SOLO PARA CIÊNCIAS AGRÁRIAS

2ª Edição

Edufra
Belém
2018

© 2018 Universidade Federal Rural da Amazônia.

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

José Mendonça Bezerra Filho

Ministro

UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DA AMAZÔNIA

Marcel do Nascimento Botelho

Reitor

Janae Gonçalves

Vice-Reitora

Heloisa dos Santos Brasil

Gerência da Editoração

Gracialda Costa Ferreira

Israel Hidenburgo Aniceto Cintra

Kedson Raul de Sousa Lima

Moacir Cerqueira da Silva

Sérgio Antônio Lopes de Gusmão

Comissão Editorial

Inácia Faro Libonati

Adriele Leal Pinto

Isabela de Almeida Coelho Santana

Cristiane do Espirito Santo Coelho

Equipe Editorial



ENDEREÇO

Av. Tancredo neves, 2501

CEP: 66077-530 – Terra Firme

e-mail: editora@ufra.edu.br

Silva, Sérgio Brazão e

Análise de Solos Para Ciências Agrárias / Sérgio Brazão e Silva. 2. ed. - Belém:
Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018.

167 p.: il.

ISBN: 978-85-7295-132-6.

1. Solos – análise química. 2. Solos – análise física. 3. Solos – análise - interpretação.
4. Solos – amostragem. 5. Solo – adubação. I. Título

CDD 631.4

AGRADECIMENTOS

Os desenhos que ilustram o capítulo sobre amostragem foram uma gentil contribuição do cartunista e compositor **Biratan Porto**, assim como as fotografias de **Mário Guerreiro**, que estiveram presente em diversas publicações que realizamos, e, finalmente, as sugestões da professora **Wanda Lemos Porpino**, para a determinação de cálcio e de magnésio por complexometria. A todos, que direta ou indiretamente contribuíram para esta publicação, externamos os nossos agradecimentos.

Este livro é dedicado à Bruna e
Pedro Alceu

APRESENTAÇÃO

Esta segunda edição é lançada com o título “Análise de solos para ciências agrárias”, em virtude de que seu objetivo é majoritariamente agrário e é orientado para o aproveitamento do solo visando o plantio. A partir da edição do Livro “Análise de Solos” de 2003 e do seu esgotamento, ficamos surpresos com a procura que este livro teve, demonstrando o interesse existente em determinações químicas e físicas aplicadas à questão ambiental e agrônômica da avaliação do solo.

A análise de solo no Brasil tem procedimentos divulgados pela EMBRAPA visando uniformizar os procedimentos de análise. No entanto, em virtude de existirem características diferentes nas diversas regiões do Brasil, adaptações regionais são feitas aos métodos. Estas adaptações são aceitas, por adequar os métodos às estas características regionais, e também por não alterarem significativamente o fundamento da metodologia empregada. A análise química dos solos intensificou-se no Brasil a partir da década de 1960 (VETORI, 1969; GUIMARÃES et al., 1970; BLOISE; MOREIRA, 1976; EMBRAPA, 1979), com o crescimento da agricultura, empregando e adaptando métodos analíticos empregados internacionalmente na época (JACKSON, 1958; CHAPMAN; PRATT, 1973; BLACK, 1965). Os procedimentos foram mais tarde uniformizados pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2011), que até os dias atuais utiliza estes métodos clássicos de forma atualizada.

A utilização da metodologia adotada pela EMBRAPA possui o bom alvitre de uniformizar e padronizar esta atividade, e, por conseguinte, facilitar a interpretação dos resultados. No entanto, para realizar esta interpretação, tabelas regionais deverão ser empregadas sempre que possível, para obter interpretação dos resultados e a recomendação de adubação adequada à realidade local.

Para este livro, a metodologia descrita, é a mesma empregada e divulgada pela EMBRAPA, sendo que, entretanto, acrescentados comentários sobre novas metodologias que são empregadas em laboratórios de pesquisa no Brasil, como o método para a determinação de carbono e nitrogênio e enxofre. Como este livro

possui o objetivo de poder retirar dúvidas dos estudantes sobre o processo de realizar as determinações químicas e físicas em amostras de solo, estas são apresentadas em dois momentos. Todas as análises são demonstradas em sequência, em detalhes operacionais, e a explicação dos procedimentos empregadas, serão encontradas no capítulo referente a estas metodologias.

As atividades relativas às determinações químicas e físicas da análise de solo, representam apenas uma etapa deste processo de avaliação. É necessário conhecer as etapas que são realizadas antes destas determinações, e também as que são realizadas após à análise. Dentre estas etapas, destacamos a amostragem, e também, conhecimentos prévios, a serem adotados no laboratório, para garantir ao aluno, o bom andamento das análises. Posteriormente à determinação, seguem informações e tabelas regionais para auxiliar a interpretação da análise do solo.

Este trabalho procura atender esta demanda de ensino, que, no entanto, é importante ressaltar, que o público não qualificado, que utiliza os serviços de análise de solo, deve sempre procurar profissionais habilitados para realizar, tanto as amostragens necessárias ao diagnóstico, a determinação, e finalmente a interpretação correta dos resultados obtidos.

Esperamos ter atingido o objetivo principal desta obra, de ser didática na apresentação dos métodos, permitindo que o aluno e o profissional graduado possam compreender as etapas empregadas antes e durante a realização da análise, permitindo a interpretação dos resultados com critérios profissionais.

Sérgio Brazão e Silva

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Propriedade rural heterogênea a ser dividida em áreas homogêneas a fim de permitir a atividade de amostragem.....	24
Figura 2 -	Solos na UFRA e a topografia do terreno.....	25
Figura 3 -	Retirada de amostra simples com o emprego de trado holandês.....	29
Figura 4 -	Amostragem realizada com pá para escavação....	30
Figura 5 -	Complexo de Coordenação do EDTA antes e após contato com metal na solução.....	51
Figura 6 -	Representação gráfica da absorbância.....	59
Figura 7 -	Representação gráfica da transmitância.....	60
Figura 8 -	Representação gráfica do desvio da lei de Beer....	61
Figura 9 -	Representação esquemática de um espectrofotômetro.....	62
Figura 10 -	Luz monocromática sendo liberada ao retorno do elétron à posição original.....	64
Figura 11 -	Representação esquemática de um Fotômetro de Chama.....	65
Figura 12 -	Espectrofotômetro de absorção atômica em esquema.....	67
Figura 13 -	Representação gráfica de um exemplo de resultado da porcentagem de saturação de bases (V %).....	125
Figura 14 -	Complexo de coordenação octaédrico do alumínio.....	129

Figura 15 - Representação da relação existente entre o pH e a disponibilidade de nutrientes no solo- Faixa adequada do pH.....	131
Figura 16 - Classes Básicas de Textura do Solo Através das Percentagens de Areia, Silte e Argila - Triângulo Textural	137
Figura 17 - Representação da macro e da microporosidade no solo.....	139
Figura 18 - Umidade crítica de sais fertilizantes e misturas a 30 °C.....	144
Figura 19 - Limite Produtivo Representado em Esquema.....	145
Figura 20 - Compatibilidade entre adubos.....	146

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1** - Conversão de unidades empregadas em análise de solo.....117
- Tabela 2** - Interpretação do resultado da atividade da fração argila.....118
- Tabela 3** - Interpretação dos resultados da Análise do solo.....120
- Tabela 4** - Interpretação dos resultados de fósforo disponível de acordo com a textura do solo.....120
- Tabela 5** - Formas iônicas de elementos nutritivos encontradas no solo.....121
- Tabela 6** - CTC da MO e de minerais presentes no solo.....124
- Tabela 7** - Interpretação de valores da SB, t, T e V.....125
- Tabela 8** - Avaliação do resultado da Porcentagem de Saturação de alumínio.....126
- Tabela 9** - Interpretação de valores de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ (MUZILLI).....127
- Tabela 10** - Interpretação de valores de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ (GAMA).....127
- Tabela 11** - Interpretação para os valores do $\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ 127
- Tabela 12** - Avaliação dos valores de acidez potencial.....130
- Tabela 13** - Avaliação dos teores de Carbono Orgânico e Matéria Orgânica (g/kg).....132
- Tabela 14** - Classes para interpretação dos resultados de boro, cobre, ferro, manganês e zinco.....132

Tabela 15	- Índices de Ki e Kr para alguns grupos de solo.....	134
Tabela 16	- Valores de Ki em função da formação laterítica.....	134
Tabela 17	- Valores da Relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ na classificação de Latossolos.....	135
Tabela 18	- Componentes da fração grosseira do solo.....	136
Tabela 19	- Componentes da fração fina do solo.....	137
Tabela 20	- Interpretação em função da percentagem de sódio trocável (PST).....	140
Tabela 21	- Avaliação dos efeitos da salinidade no solo em função da condutividade elétrica.....	141
Tabela 22	- Valores de Saturação de bases (V) desejadas para culturas industriais e perenes.....	151
Tabela 23	- Porcentagem de macronutrientes primários em adubos orgânicos.....	165
Tabela 24	- Composição média de adubos orgânicos.....	165
Tabela 25	- Adubos nitrogenados.....	166
Tabela 26	- Adubos Fosfatados.....	167
Tabela 27	- Adubos potássicos.....	168
Tabela 28	- Adubos contendo macronutrientes secundários.....	169
Tabela 29	- Tabela resumo de materiais contendo enxofre.....	169
Tabela 30	- Corretivos da acidez do solo.....	170
Tabela 31	- Fatores de conversão.....	171
Tabela 32	- Fatores de transformação dos resultados.....	172

SUMÁRIO

1	AMOSTRAGEM.....	19
1.1	Introdução.....	19
1.2	A amostragem.....	20
1.3	Amostragem para avaliação da fertilidade do solo...	20
1.4	Obtenção da amostra.....	26
1.5	Amostragem de perfis de solo.....	31
1.6	Preparação da amostra.....	32
2	O TRABALHO NO LABORATÓRIO.....	35
2.1	Introdução.....	35
2.2	Vidrarias utilizada no laboratório de solos.....	37
2.3	Aparelhagens básica, utilizada no laboratório de solos.....	40
2.4	Cuidados com as soluções.....	42
2.5	Primeiros socorros em laboratórios.....	44
3	FUNDAMENTOS DOS MÉTODOS DE ANÁLISE.....	47
3.1	Introdução.....	47
3.2	Volumetria.....	49
3.3	Potenciometria.....	54
3.4	Condutometria.....	55
3.5	Espectrofotometrias	57
3.6	Fotometrias de chama.....	63
3.7	Espectrofotometrias de absorção atômica.....	66
4	A SEQUÊNCIA DAS ANÁLISES QUÍMICAS	69
4.1	Determinações de cálcio e magnésio trocáveis por volumetria de complexação.....	69
4.2	Determinação de cálcio e magnésio trocáveis empregando Espectrofotometria de Absorção Atômica na determinação de cálcio e magnésio.	73
4.3	Determinação de alumínio trocável por Volumetria de Neutralização.....	77

4.4	Determinação de acidez potencial por Volumetria de Neutralização.....	77
4.5	Determinação do carbono orgânico por volumetria de oxi-redução.....	80
4.6	Determinação do nitrogênio total.....	82
4.7	Considerações sobre a determinação de carbono, hidrogênio, nitrogênio e enxofre por analisador elementar instrumental.....	84
4.8	Determinação do potencial de hidrogênio – pH....	86
4.9	Determinação da condutividade elétrica.....	88
4.10	Determinação do fósforo disponível.....	88
4.11	Determinação do potássio e sódio trocáveis por fotometria de chama.....	91
4.12	Determinações no complexo de laterização.....	94
5	ANÁLISES FÍSICAS.....	101
5.1	Introdução.....	101
5.2	Análise granulométrica.....	103
5.3	Argila dispersa em água/argila natural.....	106
5.4	Considerações sobre a determinação granulométrica por difração a laser.....	107
5.5	Grau de floculação e grau de dispersão.....	108
5.6	Densidade aparente ou global.....	108
5.7	Densidade real ou da partícula.....	109
5.8	Umidade atual.....	110
5.9	Porosidade total e espaço aéreo.....	110
6	INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE.....	111
6.1	Introdução.....	111
6.2	O produto das análises.....	112
6.3	Entendendo as unidades.....	112
6.4	Interpretando a atividade da fração argila.....	118
6.5	Avaliando os valores numéricos de uma análise.	118
6.6	Interpretando a CTC, V e m.....	121
6.7	Interpretando a acidez no solo.....	126

6.8	Interpretando os resultados de matéria orgânica e nitrogênio.....	131
6.9	Interpretando os resultados de micronutrientes.....	132
6.10	Interpretando os resultados dos óxidos de ferro, silício e alumínio.....	132
6.11	Interpretando os resultados da análise física do solo.....	135
6.12	Interpretando a salinidade do solo.....	139
7	FATORES QUE AFETAM ADUBAÇÕES.....	143
7.1	Conhecer as características do adubo a ser empregado.....	143
7.2	Atender à exigência nutricional das espécies.....	144
7.3	Uso inadequado de adubos.....	145
7.4	Mistura de componentes incompatíveis.....	145
7.5	Condições existentes no solo.....	146
7.6	Solução do solo.....	146
7.7	Preparo do solo.....	147
7.8	Uso de técnicas agronômicas.....	147
7.9	Preço do adubo e do corretivo.....	147
7.10	Qualidade genética do material empregado.....	148
8	SUGESTÃO DE CALAGEM E ADUBAÇÃO.....	149
	REFERENCIAS.....	153
	ANEXO A - CARACTERÍSTICAS DOS PRINCIPAIS ADUBOS.....	165
	ANEXO B - TABELAS DE CONVERSÃO E TRANSFORMAÇÃO DE RESULTADOS.....	171

1

AMOSTRAGEM

Introdução. A amostragem. Amostragem para avaliação da fertilidade do solo. Obtenção de amostra. Amostragem de perfis de solo. Preparação da amostra

1.1 Introdução

É de fácil compreensão, que não se pode analisar todo o solo contido em uma propriedade rural. Portanto, para realizar a análise, se devem obter amostras que representem a localidade em estudo. É uma tarefa que exige requisitos técnicos para ser realizada. Caso o profissional que fará a amostragem, retire uma amostra logo à sua entrada na propriedade, e em prosseguimento, retorne ao laboratório para efetuar a análise, possuirá grande chance, de o resultado desta análise não representar o real resultado desta propriedade.

As amostragens realizadas sem requisitos técnicos possuem grandes chances de apresentarem erros. O conhecimento de quais são estes requisitos técnicos é importante, e representam economia e bons resultados no manejo da propriedade.

A amostragem é assunto abundante na literatura. Trabalhos clássicos como de Jackson (1958), ressaltam que a amostragem se reveste de extrema importância, sendo comuns resultados conflitantes de análises, os quais são resultantes de amostragens malsucedidas. Trabalhos subsequentes e bem detalhados como o de Crépin e Johnson (1993) e de Shepard e Addinson (2008) ressaltam o mesmo fato.

As principais fontes de erro em análise de solo são decorrentes dos seguintes fatores (JACKSON, 1958):

- a) Que apresentam as amostras simples de um mesmo volume;
- b) Apresentadas pela subamostragem durante a análise;
- c) Apresentadas entre as determinações químicas.

É demonstrado, portanto, que podem ocorrer erros na amostragem, durante o preparo da amostra no laboratório e também durante a análise. No entanto, a literatura é extensa em afirmar que o erro procedente da amostragem é três a seis vezes maiores que o erro apresentado pela subamostragem e pela análise (GUIMARÃES et al., 1970; TAN, 2005).

Assim sendo, considerando o tempo e o custo financeiro para a execução de atividades subsequentes à amostragem (como o preparo da amostra e a análise química propriamente dita, assim como adubação, calagem, plantios, etc.), é importante que se observem cuidados básicos, a fim de se evitar o erro de amostragem.

Deve-se também ressaltar, que no caso da necessidade de eliminar dúvidas acerca dos resultados obtidos, que a análise pode ser facilmente repetida no laboratório a partir da amostra existente, enquanto que para realizar nova amostragem, na maioria dos casos, envolve viagens, estadias e estrutura de apoio para novamente retirar as amostras e transporta-las. Deve-se então, realizar a amostragem com todo cuidado e apuro técnico evitando assim a realização de novas e dispendiosas coletas.

1.2 A Amostragem

As amostras de solo podem ser obtidas deformadas e indeformadas de acordo com o objetivo do estudo. Este livro não descreve todas as análises existentes. São aqui abordadas, as determinações de solicitação mais usuais em laboratórios de solos a fim de permitir que sejam adotadas decisões para o manejo produtivo do solo com critérios agronômicos, permitindo realizar a adubação e calagem se necessário. Desta forma não é abordado aqui a aquisição de amostras indeformadas. É, portanto, descrito a seguir, como se realiza a amostragem para determinações de fertilidade e para determinações nos horizontes de um perfil de solo.

1.3 Amostragem para avaliação da fertilidade do solo

Esta atividade se relaciona com os objetivos de se obter resultados que permitam o manejo do solo a partir do

conhecimento dos elementos químicos nutritivos e de fatores que auxiliem ou impeçam a disponibilidade de nutrientes. Normalmente é realizada possibilitando conhecer os teores das bases trocáveis e outros componentes do solo a fim de permitir recomendar adubação e calagem, e também conhecer a condição do solo para armazenar e fornecer nutrientes aos vegetais (SERRAT; OLIVEIRA, 2006).

O emprego da técnica de obtenção de amostras compostas é majoritariamente empregado por reduzir custos e apresentar resultados satisfatórios. Entretanto só pode ser empregado em áreas homogêneas. No caso de encontrar áreas heterogêneas, estas deverão ser divididas em áreas homogêneas, a fim de serem obtidas amostras compostas em cada área homogênea. Áreas em que se retiram apenas amostras simples são destinadas quase que exclusivamente às atividades de pesquisa.

De acordo com Crépin e Johnson (1993) quantidade de amostras simples a retirar para compor a amostra composta, é influenciada principalmente pelo coeficiente de variação - CV. Isto decorre de que este coeficiente diminui com o aumento de amostras simples. Rajj (1991) estudando o número de amostras coletadas e o CV no resultado de análises conclui que é necessário coletar pelo menos 20 amostras simples, para compor a amostra composta, independente do tamanho da área para obter assim um CV adequado.

A avaliação da fertilidade do solo é realizada na superfície, comumente atingindo até 20 cm de profundidade, podendo em alguns casos, se obter também, amostras de 20 a 40 cm de (SHEPARD; ADDINSON, 2008). É realizada nesta profundidade por nela ocorrer exploração para absorção dos nutrientes pela maioria dos vegetais, sendo também a região que recebe contribuições externas para o solo.

Quanto maior a área em estudo, maior a possibilidade de esta apresentar características heterogêneas. Características heterogêneas são comuns e devem ser identificadas previamente para que a área seja separada em áreas homogêneas.

As variações que mais relevantes que ocorrem são a classe de solo, a topografia, o uso da terra, acidentes geográficos e mudanças na vegetação. Também é importante obter informações, antes de se realizar a amostragem, sobre o manejo do solo, como, por exemplo, saber se determinada área foi adubada ou recebeu calagem, restos de culturas, etc.

Como sugestão, os atributos a seguir citados, podem ser utilizadas para observar características, que separarão uma área de outra pela sua homogeneidade (TAN, 2005; SILVA JUNIOR; MELO; SILVA, 2006). Para ampliar conhecimento dos tópicos apresentados, sugerimos consultar a bibliografia citada.

- Características Físicas dos Solos;
- Topografia;
- Manejo da Área;
- Drenagem;
- Vegetação.

Características físicas dos solos

Existem diversas características físicas para o solo. Deveremos, no entanto, observar as características morfológicas, que são aquelas que podem ser obtidas no campo. É frequente perceber variações na textura, cor e na estrutura do solo.

A textura indica a relação entre os teores de areia, silte e argila no solo. Em campo a percepção da textura pode ser realizada pela mão do amostrador. Solos arenosos transmitem sensação de atrito, solos siltosos transmitem a sensação de sedosidade (após remover a amostra da mão, os dedos ficam com a sensação de ter tocado em talco de bebê) e finalmente, solos argilosos transmitem a sensação de plasticidade ao toque, ou seja, a sensação de que pode ser moldado pelas mãos (VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983).

A estrutura são os grumos ou agregados que o solo apresenta. Devem-se separar as áreas que possuam estrutura das que não possuem. A presença de estrutura no solo indica condição que poderá promover a retenção de água e nutrientes ao solo.

Em relação às cores, solos muito escuros podem apresentar resultados diferentes de solos expostos e claros e devem ser separados em áreas diferentes.

As cores mais comuns encontradas nos solos, a seguir apresentadas, indicam possibilidades de resultados diferentes na análise e conseqüentemente devem resultar amostras agrupadas isoladamente (CRÉPIN; JOHNSON, 1993):

- a) Amarelados: revelam a presença de óxidos de ferro de cor amarela como a goetita;
- b) Avermelhados: indicam a presença de óxidos de ferro de cor vermelha como a hematita;
- c) Escuros: indicam a forte presença de matéria orgânica;
- d) Claros: indicam a ausência ou pouca presença de matéria orgânica e o acúmulo de minerais claros, como o quartzo.

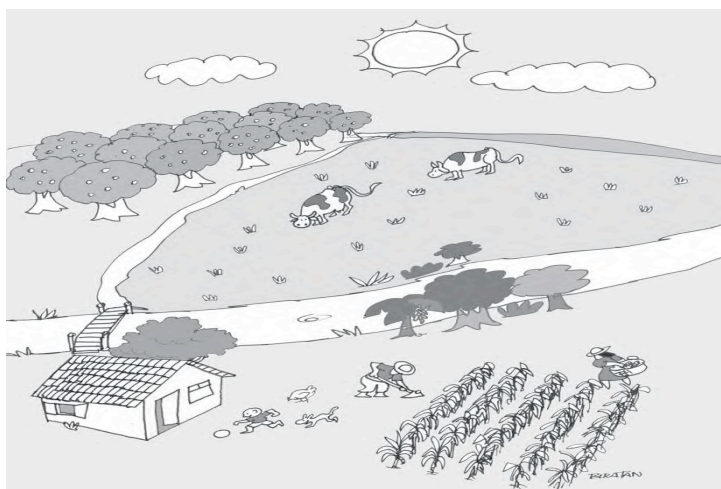
Manejo da área

A informação sobre o manejo adotado adquire importância extrema por não ser visível em grande parte dos casos. Por exemplo, algumas áreas iguais apresentam manejo diferenciado em relação à adubação, podendo ter sido adubadas ou não. Em outro exemplo, áreas que receberam preparo mecanizado produzem resultados diferenciados em relação a áreas em que se realizou o preparo tradicional do solo para plantio. Portanto, o conhecimento do manejo possui grande importância para a separação da área de acordo com suas características homogêneas (LIMA, 2006).

Associado à informação sobre o manejo, sempre que possível, deve atentar ao manejo histórico da área, em virtude de poderem surgir informações relevantes.

A figura 1, apresenta área heterogênea, na qual é representado um pomar, um pasto, uma área com uma habitação, e uma área de produção de cultura anual. Nesta figura, analisando somente o uso da terra, se percebem atividades, que representam diferentes condições para proteção do solo em relação às intempéries. O pomar apresenta maior proteção à erosão, ação solar e das chuvas em relação ao pasto, que, no entanto, contem animais que contribuem com dejetos orgânicos ao ambiente. Finalmente, a área da cultura anual é intensamente manejada, ficando exposta em alguns períodos. Assim sendo, é de se esperar que estas áreas possam resultar diferentes e recebam manejo diferenciado. Deverão assim, apresentar resultados de análise de solo específica para uma delas.

Figura 1 - Propriedade rural heterogênea a ser dividida em áreas homogêneas a fim de permitir a atividade de amostragem.



Fonte: Biratan Porto (2003)¹.

Topografia

Solos em ambientes mais altos, formados localmente, apresentam influência do material de origem. À medida que se diminui a cota de altitude surgem solos que recebem contribuições de outras áreas além da contribuição da rocha matriz e finalmente solos próximos ao nível dos cursos de água

¹O desenho foi criado pelo cartunista e compositor Biratan Porto especialmente para este livro.

são formados somente por transporte e deposição. Naturalmente, devem ser separados em áreas diferentes para composição das amostras compostas. A vegetação também é influenciada pela topografia em razão de fatores como o acúmulo de água no perfil do solo, resultando no desenvolvimento de vegetação adaptada ao ambiente (BOTREL et al., 2002).

Dessa forma, o relevo é extremamente importante na separação das áreas a amostrar e é também uma das bases para levantamento de solos. Em locais onde o relevo é uniforme, como em planaltos e em planícies, a variabilidade de solos é menor e os levantamentos se tornam mais fáceis de realizar. A Figura 2 apresenta situação em relevo suave, comum na Amazônia. Localizado na Universidade Federal Rural da Amazônia – UFRA demonstra variações nos solos encontrados em razão da topografia do terreno.

Figura 2 - Solos na UFRA e a topografia do terreno.



Fonte: Adaptado de Imagem de Google Earth (obtida em 27/03/2015).

Drenagem

Alguns solos são bem drenados e outros não. Áreas com diferente drenagem são separadas em áreas diferentes para a realização da amostragem. Os solos possuem capacidade de remover água que é adicionada pela chuva, por inundações ou pelo homem de maneira diferente. O escoamento superficial e a movimentação que existe através do perfil variam enormemente, por razões diversas, afetando a fertilidade do solo. Solos inundados, ou com forte movimentação de água no seu perfil apresentam processos redutivos que alteram pH, Eh, e conseqüentemente a disponibilidade de diversos elementos no solo (SILVA, 2012). Em solos com boa drenagem e presença de ar no interior do perfil, a matéria orgânica é decomposta e mineralizada com velocidade maior.

Vegetação

A vegetação já foi mencionada em razão da proteção diferenciada que esta proporciona ao solo. Uma floresta e um pasto realizam cobertura e proteção diferente para o solo.

Esta proteção afeta a temperatura do solo, o impacto das chuvas, assim como, do arraste do solo pela água. Dessa forma, em um mesmo solo, um pomar frondoso e um plantio de pimenta do reino, devem ser separados em diferentes áreas amostrais, pela diferença que proporcionam ao solo em relação à sua proteção.

1.4 Obtenção da amostra

A obtenção da amostra para fins de fertilidade se dará a partir da obtenção de amostras simples, obtidas de forma distribuída na área em estudo, as quais serão empregadas para compor uma amostra composta, que será encaminhada ao laboratório. A amostra composta permite que se leve pequena quantidade de solo ao laboratório, evitando custos altos na avaliação. Deverá existir uma amostra composta para cada área homogênea originada após a sua identificação na área em estudo (IAPAR, 1996).

Devem ser observados os seguintes cuidados durante a obtenção da amostra simples:

- a) As amostras simples devem possuir o mesmo volume;
- b) O acaso deve decidir o local da escavação, evitando escolher os locais das amostragens. Assim, caminhar em zig-zag na área homogênea e retirando amostras aleatoriamente produz bons resultados. Uma técnica consiste em lançar uma vara de costas, e amostrar no local em que caiu;
- c) A quantidade de amostras simples deve ser em número capaz de representar a área estudada. Rajj (1991) informa que 10 a 30 amostras simples para cada amostra composta é considerado satisfatório para todos os ha percorridos;
- d) Deve-se evitar contaminação com o equipamento utilizado na amostragem (preferencialmente utilizar equipamentos de aço inoxidável) e com materiais existentes na superfície do solo;
- e) A área em estudo deve ser subdividida em áreas homogêneas, para serem obtidas amostras compostas em cada uma;
- f) Entre a amostragem de área homogênea e o início da amostragem de outra área, realizar a lavagem de todo o material que entrou em contato com o solo com água limpa e secalo para reiniciar os trabalhos.

Inicialmente deve-se realizar o reconhecimento da área, ocasião em que será confeccionado um diagrama que representará a área, destacando as áreas separadas de acordo com diferenças apresentadas no relevo, uso da terra, na textura e na cor dos solos e outras características apontadas anteriormente e outras que por acaso existam no local e que chamem a atenção.

² De modo geral os solos cultivados apresentam maior variação em seus teores que os solos virgens, necessitando de maior número de amostras, assim como os solos salinos que apresentam extrema variabilidade.

Áreas com problemas de fertilidade ou com fertilidade diferenciada (indicada pelo crescimento dos vegetais ou com histórico de adubação recente) devem constituir unidades próprias para a obtenção da amostra composta. Não realizar amostragem em locais próximos a residências, banheiros, porteiras, silos, celeiros, galpões, estábulos, margem das áreas, sulcos e covas adubadas, pois poderão não fornecer a realidade da área em estudo.

Cada unidade homogênea, já previamente delimitada, deverá ser percorrida pelo operador, que realizará amostragens a cada vinte passos em média, retirando material da camada arável e acondicionando-as para posterior mistura.

Um balde plástico limpo poderá ser utilizado para a coleta e mistura das amostras simples a fim de formar a amostra composta que será enviada ao laboratório. Naturalmente, em áreas muito grandes serão utilizados muitos baldes, os quais também poderão ser lavados e secos, para se efetuar nova composição de amostra composta.

Existem trabalhos demonstrando que amostragens em profundidades de 0 a 10 cm e empregando a pá cortante apresentam melhores resultados para alguns solos (BONO et al., 2002; SHEPARD; ADDINSON, 2008). No entanto, é prática nacionalmente empregada, retirar a amostra à profundidade de 20 cm. Esta é retirada após a realização de limpeza da parte superficial do solo, quando são retiradas as folhas, galhos e pedras porventura existentes (EMBRAPA, 2009).

Dessa forma, poderá ser empregado para a retirada da amostra um trado, uma pá cortante ou uma pá comum. A Figura 3 demonstra a realização de amostragem utilizando trado holandês. Normalmente os trados apresentam marcas a cada 20 cm correspondendo também a 20 cm a primeira parte destinada a capturar a terra.

Para retirar a amostra, penetrar o trado com movimento de

torção até a profundidade de 20 cm, afrouxar o trado e retirá-lo do buraco formado. Retirar a terra do trado, fazendo cortes com uma faca, de modo a permitir que as amostras simples possuam o mesmo tamanho (Figura 3).

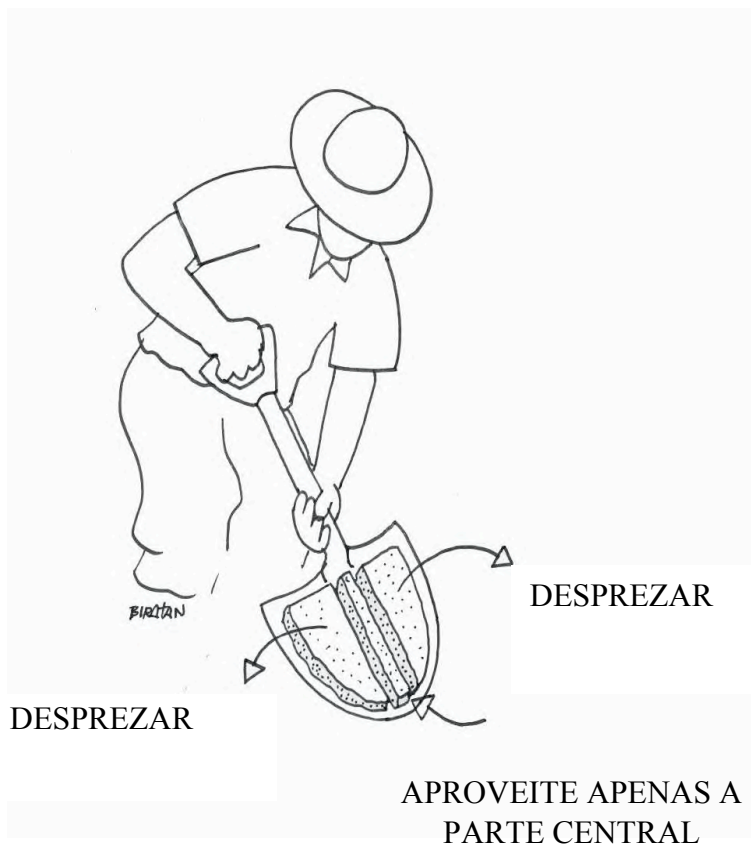
No caso de utilizar o trado para retirar amostras de camadas inferiores, deve-se evitar que estas sejam contaminadas com terra de camadas superiores (Figura 3). Para tanto sempre raspar a amostra com a faca tendo o cuidado de desprezar a camada superior de terra que vem no trado (SILVA JUNIOR; MELO; SILVA, 2006).

Figura 3 - Retirada de amostra simples com o emprego de trado holandês.



Fonte: O Autor.

A seguir, a figura 4 demonstra que para retirar amostra com o emprego de pá cortante, se deve fazer um corte triangular no solo e penetrar a pá, retirando parte de uma das paredes formadas na escavação. No material retirado, proceder dois cortes no sentido da pá, desprezando os mais externos e aproveitando a parte central para a composição da amostra (VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983).

Figura 4 - Amostragem realizada com pá para escavação.

Fonte: Biratan Porto (2003)³.

Cada amostra individual retirada com o trado ou com a pá cortante é uma amostra simples. Todas as amostras simples deverão possuir o mesmo tamanho e profundidade. As amostras compostas serão formadas pela mistura de várias amostras simples obtidas em área homogênea.

Como explicado anteriormente, as amostras simples deverão ser muito bem misturadas, e delas retirada uma parte que comporá a amostra composta.

³ O desenho foi criado pelo cartunista e compositor Biratan Porto especialmente para este livro.

A amostra composta deverá ser acondicionada em saco plástico, o qual não deverá ser imediatamente fechado. Uma secagem à sombra auxilia na retirada de umidade. As amostras deverão ser acompanhadas de etiqueta contendo: número da amostra; nome da propriedade, do município e do estado em que se encontra e o nome do proprietário da amostra. À parte, anotar localização e descrição da área, constando o uso atual do solo, condições da vegetação, tipo de vegetação, tratos culturais, cultura atual ou a ser implantada, cultura anterior, adubações e toda informação relevante para auxiliar no futuro manejo (VIEIRA, L.; VIEIRA, M. 1983; SILVA JUNIOR; MELO; SILVA, 2006).

1.5 Amostragem em perfis de solo

Em determinadas situações é necessário que ocorram amostragem em perfis de solo, como em trabalhos de levantamento e classificação de solos, estudos e identificação de alterações no perfil, identificação de horizontes diagnósticos, etc.

Para realizara amostragem no perfil se deve escavar o perfil, escolhendo um local em que as características externas sejam predominantes a fim de poder associá-las ao solo. Sempre que possível, é interessante escavar prevendo que uma das paredes se situe no sentido Leste-Oeste, a fim de aproveitar a luminosidade do sol para a execução dos trabalhos, já que a parede iluminada pelo sol fica clara por mais tempo.

Como a amostragem de perfis é normalmente associada a trabalhos relacionados à pedologia, o trabalho é realizado paralelamente à descrição morfológica e separação dos horizontes diagnósticos do solo (VIEIRA, 1988).

Deve-se, inicialmente, após a limpeza do perfil, dividir os horizontes e definir suas profundidades e espessuras, textura, cor, estrutura e consistência, etc. O Manual de Morfologia e Classificação de Solos (VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983) descreve com detalhes tais atividades. **Nunca** iniciar a amostragem nos

horizontes superiores. Este cuidado existe no intento de evitar contaminar os horizontes inferiores com o solo dos horizontes superiores. Acumular o material em sacos plásticos, utilizando uma faca ou espátula em cada horizonte para obter a amostra, realizando a amostragem sempre dos horizontes inferiores para os superiores, evitando-se retirar a amostra das áreas de transição dos horizontes.

Cada embalagem (da amostra composta) deverá conter uma etiqueta com informações acerca da amostra, tais como: nº do perfil, localização (coordenadas geográficas), profundidade, projeto, instituição, localização, relevo, vegetação, coletor, data ou qualquer informação que se fizer relevante aos objetivos do trabalho. Alguns profissionais de amostragem utilizam dois sacos de plástico transparente, entre os quais fica a etiqueta. Também é empregada a prática de apenas numerar a etiqueta e adicionar informações relevantes da amostra em caderneta de campo. Canetas que escrevem em material plástico como CDs, também podem ser empregadas como material auxiliar.

1.6 Preparação da amostra

Logo que a amostra de solo chega ao laboratório, a mesma recebe um número que pertence ao laboratório chamado de **número de protocolo** e é preenchido um formulário com informações acerca do material que compõe a amostra. Após isto, a amostra é encaminhada ao preparo, que consiste na secagem ao ar seguida de moagem, ou na secagem ao ar seguida de destorroamento e peneiramento.

A secagem ao ar deve ser feita em galpão ventilado, que forneça sombra e temperatura de 25 a 35 °C. Preferencialmente, deve ser protegido com tela, para evitar a entrada de animais e pessoas estranhas que possam vir a manipular e, assim, contaminar as amostras. A amostra é colocada em tabuleiro de madeira ou bandeja plástica espalhada, e permanece nesse local até que não apresente umidade visível e permita o trabalho de

destorroamento.

A moagem é empregada em solos que endurecem de forma intensa após a secagem. Nestes casos, a amostra é enviada ao moinho mecânico que destorroa a amostra e a deixa pronta para ser peneirada. No entanto, a passagem do solo por moinhos não deve ser executada caso a amostra possua a amostra possua pedras ou concreções no solo (EMBRAPA, 2009).

O destorroamento é realizado em solos que facilmente esboroam ao passar o rolo de madeira sobre a amostra.

É empregado internacionalmente o critério de analisar a amostra que passe através de peneira de 20 mm de abertura de malha (EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2011; TAN, 2005). O material retido, caso se deseje caracterizar a quantidade de calhaus e cascalhos, deve ser pesado e obtido o peso correspondente ao material que passou na peneira. Após isto deve ser desprezado. A matéria que passa na peneira será acondicionada em saco plástico, devidamente identificado com o correspondente nº de protocolo⁴.

Alguns laboratórios, em determinadas situações, realizam a secagem do solo em estufas de circulação forçada de ar, na temperatura de 40 °C⁵ (EMBRAPA, 2009).

⁴ A partir dessa operação o material de solo passa a ser denominada Terra Fina Seca ao Ar (TFSA).

⁵ Caso a amostra seja seca em estufa, passa a ser denominada Terra Fina Seca em Estufa (TFSE).

2

O TRABALHO NO LABORATÓRIO

Introdução. Vidraria utilizada no laboratório de solos. Aparelhagem básica, utilizada no laboratório de solos. Cuidados com as soluções. Primeiros socorros em laboratório.

2.1 Introdução

Antes de iniciar qualquer trabalho em laboratório, os usuários devem recordar técnicas e cuidados referentes à limpeza, organização e primeiros socorros. O trabalho organizado e limpo produz eficiência e precisão, favorecendo ao solicitante da análise, que possuirá resultados fiéis à realidade da amostra e ao executante, que desenvolverá um trabalho eficiente, com menor custo e sem desperdício de tempo.

Com este objetivo, as seguintes precauções devem ser observadas (BACCAN et al., 1979; VOGEL'S..., 1989):

- a) A vidraria deve estar limpa;
- b) Equipamentos e frascos reagentes não devem ser acumulados sobre a bancada. Manter próximo somente o necessário e retorná-los ao local de origem após o uso;
- c) A bancada deve ser mantida sempre limpa, tendo sempre à mão material para limpá-la;
- d) As determinações deverão ser executadas em duplicata;
- e) Todas as soluções preparadas deverão apresentar rótulo identificando a composição, a data e a concentração.

As precauções com a limpeza são essenciais para que se obtenham resultados satisfatórios. A limpeza da vidraria se destaca como a mais importante. Entretanto, não se deve negligenciar a limpeza dos demais ambientes.

Diversos detergentes podem ser utilizados para a limpeza da vidraria, sendo empregada com frequência a solução sulfocrômica⁶, em buretas e pipetas, visando limpar as partes internas de difícil acesso mecânico.

A vidraria fica em contato algumas horas com a solução sulfocrômica, havendo o hábito de deixar o material em imersão durante uma noite. Após isto, lava-se com água corrente, seguindo um enxague com água destilada, deixando escorrer até que seque.

Após um tempo de uso, recomenda-se filtrar a solução sulfocrômica, para remover resíduos sólidos resultantes de limpezas anteriores, utilizando-se um funil de vidro com lã de vidro.

Pode-se usar, também, como desengordurante, a solução de KOH em meio alcoólico⁷, que é bastante eficaz e de ação muito rápida (VOGEL'S..., 1989).

É importante observar que a organização durante os trabalhos de limpeza ajuda a produzir eficiência, bastando seguir os seguintes procedimentos:

- a) Cada aluno ou usuário deve eliminar todos os resíduos empregados nas determinações, e limpar os recipientes que as contenham;
- b) Todo material de vidro deve ser lavado imediatamente após o uso, e armazenado após a eliminação da água de lavagem. Evite acumular a vidraria ou, até mesmo, guardá-la na pia ou cuba de lavagem para o próximo uso;
- c) Considere o vidro limpo quando, ao esvaziá-lo após seu enchimento com água destilada, restar somente uma película de água sobre as paredes. Caso persistam gotas aderidas, limpe novamente o material (VOGEL'S..., 1989).

⁶Preparação da solução sulfocrômica: dissolver 400 g de dicromato de potássio em 1 litro de ácido sulfúrico concentrado. Adicionar o dicromato aos poucos, cuidadosamente, tomando precauções em função do calor desprendido. Utilizar capela exaustora.

⁷Preparação da solução de KOH em meio alcoólico: dissolver 100 g de hidróxido de potássio em 50 mL de água destilada, completando a 1 litro com etanol, após resfriamento.

2.2 Vidraria utilizada no laboratório de solos (SKOOG et al, 2006; VOGEL'S..., 1989; HARVEY, 2000; RAIJ et al., 2001)

Balão Volumétrico

Frasco em forma de balão, com fundo chato e extremidade longa, contendo marca delimitando a quantidade exata do volume que o frasco propõe conter. É bastante utilizado na elaboração de soluções que necessitam de precisão volumétrica. A solução deve ser preparada à temperatura ambiente. **Nunca leve calor ao balão volumétrico.**

Becker

Copo de vidro graduado provido de uma borda com bico para facilitar a transferência de líquidos. Existe em diversos tamanhos, que deve ser escolhido em função da quantidade de solução que se quer manipular. Pode ser aquecido em uma chapa térmica, ou sobre tela de amianto em bico de Bunsen. Não é instrumento de medição de volume com precisão. É importante mencionar que não se deve aquecer a vidraria em chama nua. O Becker é empregado na preparação de soluções e transferência de líquidos. Alguns fabricantes fornecem o Becker em material plástico que se adequam às tarefas no laboratório que não envolva aquecimento.

Funil

É empregado na transferência de líquidos. Apresenta diâmetros variáveis, sendo os mais empregados durante as análises de solos, os que apresentam 9 cm de diâmetro, em preparo de soluções, e os com 25 cm de diâmetro, em análise granulométrica. Possui ângulo de 60°. Existem alguns de abertura larga e haste curta, para a transferência de sólidos pulverizados.

Pipeta

É uma haste cilíndrica utilizada para transferir líquidos com precisão. Pode ser classificada em dois tipos: pipeta volumétrica ou de transferência e pipeta de medida ou graduada. As pipetas

de transferência possuem um bulbo ligado a duas hastes, sendo a inferior afilada e haste superior marcada ou sulcada no local que indica o volume a transferir. As pipetas graduadas são formadas somente por uma haste com uma das extremidades afiladas, possuindo graduação de volume em toda a sua extensão. Ao manusear pipetas pela primeira vez, solicite orientação, pois a técnica de operação varia de acordo com o líquido a ser manipulado.

Erlemmeyer

É um frasco de fundo chato e formato cônico, utilizado em determinações titrimétricas, sendo apropriado para agitar a amostra no processo de titulação e em processos de extração de íons do solo, durante a análise de solos. Não serve para medir volumes.

Proveta

Cilindro graduado com a parte inferior apoiada e fechada por um vidro circular, possuindo um beicho, em sua parte superior, para facilitar a passagem de líquidos. Oferece baixa precisão nas medidas, devido à sua grande área da superfície, mas apresenta grande utilidade em trabalhos cujas medidas podem ser aproximadas.

Bureta

É uma haste longa, cilíndrica e graduada. Apresenta em sua extremidade inferior uma torneira de vidro e uma ponta afilada. É instrumento básico nas determinações por volumetria, no processo denominado titulação, que consiste no lento adicionar de uma solução de concentração conhecida sobre a solução em análise. Esta adição é realizada gota a gota controlada pela pressão exercida sobre a torneira. Alguns modelos (Foto a seguir) possuem reservatórios e sistema de bombeamento a fim de facilitar o preenchimento com solução titulante, sendo denominadas buretas automáticas.

Cadinho

Pequeno recipiente confeccionado com materiais de alto ponto de fusão, em geral para acondicionar materiais a serem calcinados em uma mufla. Existem modelos de porcelana e de platina. Os mais comumente utilizados, entretanto, são os de porcelana, em virtude de seu rendimento satisfatório e do baixo custo.

Dessecador

O dessecador é um vasilhame confeccionado em vidro forte, com tampa hermética esmerilhada, visando o acondicionamento de objetos em ambiente isento de umidade. Possui, em seu interior, um agente de caráter altamente higroscópico, como a sílica-gel, o cloreto de cálcio anidro, o sulfato de cálcio, dentre outros. A sílica-gel é o agente mais utilizado, porque pode ser reaproveitada, mesmo após saturação, desde que seja seca em estufa a 150 – 180 °C. Além disso, seu estado de saturação é facilmente observado, pois, quando livre de água, seu arranjo cristalino apresenta coloração azul e, quando hidratada, possui coloração rosa claro. O dessecador é bastante utilizado no resfriamento de sais secos em estufas, que reidratariam facilmente caso esfriassem em ambiente exposto à umidade. Para aumentar a eficiência na dessecação existem alguns modelos com dispositivo apropriado para inserção de bomba de vácuo, situado, em geral, na tampa. O aluno deve ter cautela ao abrir e fechar um dessecador, pois, em razão das diferenças de pressão existentes entre o interior do aparelho e o ambiente externo a este, essa operação deve ser executada lentamente (SKOOG et al., 2006).

2.3 Aparelhagem básica, utilizada no laboratório de solos⁸ (VOGEL'S..., 1989; RAIJ et al., 2001; SKOOG et al, 2006)

Balança

É um dos principais instrumentos do laboratório, e necessita de cuidados básicos para sua operação.

Em virtude de sua sensibilidade e fragilidade, requer alguns cuidados, visando sua conservação e operação, a fim de realizar uma perfeita pesagem. Existem diversos tipos de balança, para os mais diversos objetivos, mas, de modo geral, pode-se realizar a operação de mensurar pesos com eficiência, desde que seguidos os cuidados relacionados abaixo, válidos para todos os modelos:

- a) A balança deve ser mantida em superfície plana, firme e nivelada, sendo ideal bancada construída em concreto, em sala projetada somente para esta atividade;
- b) Nunca colocar solo ou reagentes diretamente sobre o prato da balança. Utilizar sempre recipiente apropriado para este fim;
- c) Nunca deixar o prato da balança, a própria balanças e seu ambiente após a pesagem, com resíduo de solo ou reagente;
- d) Evitar movimentos bruscos ou rápidos ao manusear a balança;
- e) Nunca sobrecarregar a balança;
- f) Utilizar sempre o centro do prato da balança para posicionar seu objeto.

Seguindo essas regras, estará assegurado o êxito a ser alcançado nos trabalhos. Caso não esteja familiarizado com os mecanismos de funcionamento da balança e atividades de pesagem, é aconselhável procurar ajuda de operadores já

⁸ Alguns laboratórios, como o laboratório de solos da Universidade Federal Rural da Amazônia, possuem fornecimento elétrico de dupla voltagem (110 e 220 V). O usuário deve, então, ter muita cautela, antes de manipular qualquer aparelho, fazendo-o somente quando estiver familiarizado com as exigências elétricas do aparelho a ser utilizado, evitando avarias na aparelhagem.

experientes existentes no laboratório. Tal recomendação é válida para os outros equipamentos e materiais a serem manipulados pelo aluno.

Estufa Elétrica

Existem vários tipos de estufa, sendo os mais comuns a estufa seca e a estufa de circulação forçada de ar. Possuem a capacidade de retirar a umidade do material que se deseja manipular sem teores de umidade que comumente apresentam. Em geral possuem controle termostático a fim de manter a temperatura desejada constante e assim não causar alterações nos materiais a serem secos.

A estufa seca é empregada em secagem de sólidos e vidraria, e possui temperatura variando de 25° a 250 ou 300 °C. As estufas de circulação forçada de ar possuem corrente de ar circulando sobre bandejas existentes no seu interior. Por utilizarem baixa temperatura secam com pouca agressão ao material, dessa forma são utilizadas na secagem de material vegetal a temperaturas relativamente baixas (em torno de 60 °C).

Mufla

É um forno elétrico que atinge temperatura de 600 a 1200 °C. É muito útil em análise de plantas, na etapa referente à digestão por via seca, em que deve ser obtido somente o material mineral existente no vegetal, após a calcinação da amostra.

Chapa Aquecedora

Geralmente apresentada com três graduações de temperatura: baixa, média e alta. Possui grande utilidade para digestões, preparação de soluções, banhos-maria e outras atividades. A limpeza deste equipamento, que é realizada quando está frio, assegura sua durabilidade.

Agitador Horizontal Circular

Possuem a função de promover contato com toda a superfície de sólidos que estejam em contato com soluções. Existem agitadores de diversos tipos, sendo os horizontais bastante empregados. Alguns modelos possuem temporizadores

e mecanismos para afixar Békérs, erlenmeyers ou frascos de tamanhos específicos.

Destilador

Instrumento fundamental em laboratório, empregado para a obtenção de água destilada, existindo modelos adequados a diversas necessidades. Os modelos metálicos, confeccionados em liga, fornecem água destilada com vazão suficiente para a maioria das necessidades do laboratório. Alguns destiladores de vidro são empregados na obtenção de destilados especiais durante a análise, como no caso da determinação do nitrogênio. Dependendo da determinação e das condições da análise, o uso de água bidestilada se faz necessário. Os laboratórios de química empregam para seu fornecimento geral destiladores de parede como demonstrado a seguir.

Deionizador

Aparelho formado por tubos contendo resina de troca iônica, que remove cátions e ânions da água. Após certo tempo de uso, as resinas, por adsorverem íons, tornam-se saturadas, diminuindo a eficiência, devendo ser, então, substituídas ou recuperadas. Em alguns laboratórios, é obtido um excelente grau de pureza deionizando água previamente destilada.

2.4 Cuidados com as soluções (SKOOG et al., 2006; RAIJ et al., 2001; VOGEL'S..., 1989)

O aluno/pesquisador deverá possuir conhecimento acerca da importância da precisão da concentração de uma solução preparada no laboratório.

Algumas soluções não necessitam de alta precisão, bastando que o soluto seja pesado, dissolvido, e o volume seja completado em recipiente que ofereça média precisão, como uma proveta.

Outras soluções, como as **soluções-padrão**, necessitam de certos cuidados para a preparação, pois são utilizadas para aferição de aparelhagem e construção de curvas de calibração, ou empregadas em determinações volumétricas.

Normalmente, é suficiente transferir uma quantidade de soluto, pesada com precisão, para o balão volumétrico, com o auxílio de um funil, lavando-se, tanto o funil como o recipiente utilizado na pesagem, com o solvente que vai ser utilizado, e transferindo esse líquido de lavagem para o balão. A dissolução do soluto deve ser feita agitando-se o balão em movimentos circulares. Se, durante essa operação, ocorrer variação de temperatura, esperar o retorno à temperatura ambiente e, só então, executar a aferição do volume (RAIJ et al., 2001).

Caso a substância seja pouco solúvel, é conveniente dissolvê-la à quente em um Becker e, após esfriar, transferir para o balão, lavando o Becker e transferindo esse líquido de lavagem para o balão. Aferir o volume.

Para a aferição de alguns aparelhos, como o espectrofotômetro de absorção atômica, é comum o emprego de ampolas fornecidas por fabricantes que garantem a exatidão da concentração da solução fornecida tornando muito prática à sua utilização. Normalmente, é necessário quebrá-las, lavá-las aproveitando as águas de lavagem, e completar o volume aferindo na marca existente no balão (VOGEL'S..., 1989).

Ao preparar uma solução⁹, o estudante deverá antecipadamente ler os rótulos dos reagentes, destacando especial atenção aos detalhes referentes à saúde do operador e antídotos, quando existirem.

Após preparada, atentar para que possua rótulo contendo o nome da solução, sua concentração e a data da preparação.

⁹ Caso a solução libere gases durante a preparação, utilize a capela exaustora do laboratório.

2.5 Primeiros socorros em laboratório

Primeiros socorros são aqueles prestados ainda no local do acidente, possuem grande importância para minimizar os males causados e devem, preferencialmente, ser aplicados por pessoal treinados para executar as atividades inerentes ao fato ocorrido.

No entanto, nem todo laboratório possui pessoal preparado para as ocorrências de emergência. Em razão deste fato, usuários devem seguir as medidas de prevenção, a fim de evitar que os acidentes ocorram.

Da mesma forma, os laboratórios devem possuir equipamentos de segurança para atender seus usuários, como exemplo, o chuveiro para retirar com rapidez, líquidos urticariantes do corpo do acidentado, assim como, do Lavador de olhos, a ser aplicado diretamente sobre o rosto das pessoas. Após os primeiros socorros o acidentado deve ser encaminhado à enfermaria, ou até mesmo, ao hospital, dependendo da gravidade do caso (TRAUTMANN, 2008).

A prevenção evita que acidentes aconteçam. Dessa forma, a prevenção sempre é bem-vinda ao laboratório. A seguir relatamos alguns exemplos de algumas atividades preventivas, que podem ser adotadas no dia a dia do laboratório (CAPURRO, 2004). Outras atividades podem ser adotadas e seguidas pelas equipes, de acordo com a atividade desenvolvida.

- Não se alimente e nem ingira líquidos no laboratório;
- Não armazene substâncias incompatíveis no mesmo local;
- Não pipete líquidos diretamente com a boca, utilize pipetadores adequados;
- Não adicione água aos ácidos e sim ácidos à água;

- Não dirija a abertura de frascos à sua direção ou à de outrem;
- Evite a distração durante atividades com conversas, música e uso de fones de ouvido;
- Sempre utilize a capela durante atividades que liberem gases;
- Trabalhe com os cabelos presos (caso possua cabelos longos);
- Utilize vestimenta adequada ao laboratório, assim como os EPIs que a atividade requer;
- A bancada deve ficar livre de objetos pessoais, como mochilas, bolsas e de materiais não inerentes à atividade desenvolvida.

Em caso de ocorrência de acidentes, providenciar atendimento médico em todos os casos e de acordo com a gravidade do acontecimento. Manter a calma e executar os primeiros socorros que em alguns casos são imprescindíveis para salvar uma vida ou aliviar a dor do acidentado. São relatados a seguir os casos mais comuns, relatados no clássico trabalho do professor Romanus (1958) e que apresentam relação à análise de solos e plantas.

Queimaduras

As lesões que advém de calor sobre o organismo são queimaduras. Caso existam chamas, abafa-las e cobrir a vítima com cobertor. Não remover tecidos que tenham aderido à pele. Corta-los com tesoura ao redor da área queimada. Caso exista necessidade de aplicar gaze, colocá-las firmemente, sem, entretanto, apertar (CAPURRO, 2004).

- a) Por objetos quentes: aplicar gaze impregnada com picrato de butesina, unguento bórico ou vaselina esterilizada;

- b) Por ácidos fortes: lavar a área afetada com bastante água e, a seguir, incidir sobre o local uma solução de bicarbonato de sódio a 5 %. Aplicar picrato de butesina, unguento bórico ou vaselina esterilizada;
- c) Por bases fortes: aplicar água em abundância na área afetada e a seguir incidir sobre o local uma solução a 5 % de ácido acético.

OBS: Quando a queimadura atinge os olhos: enxaguar com bastante água, aplicando a seguir uma solução de bicarbonato de sódio a 5% caso tenha sido devido a ácido, e com uma solução saturada de ácido bórico se for devido a uma base.

Inalação de acetileno, gás sulfídrico ou óxido nitroso:

- a) Remova imediatamente o paciente para o ar puro e quente;
- b) Aplique respiração artificial, se necessário, durante quatro horas, durante as quais administre oxigênio, se possível;
- c) Mantenha o paciente aquecido, utilizando para isto cobertores, garrafa quente contra o corpo ou outro meio.

3

FUNDAMENTOS DOS MÉTODOS DE ANÁLISE

Introdução. Volumetria. Potenciometria. Condutometria. Espectrofotometria. Fotometria de chama. Espectrofotometria de absorção atômica.

3.1 Introdução

É comum que profissionais e estudantes envolvidos em atividades correlatas às ciências agrárias apresentem desinteresse em conhecer a fundamentação química das análises, acreditando ser suficiente solicitar as análises e interpretar os resultados. Trata-se, entretanto, um erro subestimar a importância dos fundamentos, principalmente para pesquisadores e estudantes que necessitam frequentar o laboratório para executar o seu próprio trabalho.

Existindo a compreensão da atividade que está sendo executada, o estudante/pesquisador poderá resolver ou explicar diversos problemas que surgem em determinados momentos e que diversas vezes são resultantes da própria pesquisa em andamento. A escolha do método a ser utilizado dar-se-á em função das necessidades da investigação a ser realizada. Dessa forma, a interpretação dos resultados somente pode ser efetuada com total eficiência, após conhecimento e compreensão da metodologia empregada.

Inicialmente deve-se fazer distinção aos tipos de análises comumente requisitadas aos laboratórios de ciências agrárias, que são a análise de solos e a análise de plantas. Esta distinção é importante para entender e interpretar os resultados. Inicialmente, toda análise química visa informar a composição do material analisado. Assim sendo, a análise do material vegetal na análise de plantas informará seus constituintes minerais e suas respectivas quantidades. Na análise de solos encontramos duas situações:

a análise total do material de solo, que fornecerá o quantitativo de todos os constituintes do solo (a grande maioria indisponível para os vegetais e outros sem interesse agrônômico) e a análise de fertilidade que informará os constituintes minerais que estão **adsorvidos** ao solo e que possuem importância para a nutrição vegetal.

Para ambos os casos deverá ser obtido uma solução que contenha os elementos minerais a serem determinados. Esta solução se origina a partir da própria amostra em análise e é geralmente, nos laboratórios, denominada de analito. Para a determinação química, com o objetivo de informar os elementos que estão adsorvidos ao solo, é necessário realizar a **extração** destes elementos, razão para que alguns pesquisadores a denominem este analito de **extrato**.

A **extração** difere da outra forma de preparar a amostra, na qual seus constituintes são destruídos e mantidos em solução com todos os seus constituintes. Como o processo para a obtenção desta solução, ocorre da mesma forma que no corpo dos seres vivos, utilizando ácidos e elevação da temperatura, é denominado de **digestão**.

A digestão pode ocorrer em meio ácido (muito comum), alcalino ou até na forma seca. Em nossa análise, as determinações relacionadas à fertilidade do solo empregarão o processo denominado extração. Neste, o solo entrará em contato com a solução extratora, que por meio de efeito de massa, remove os íons que estão adsorvidos às partículas ativas do solo. O conhecimento do extrator empregado na análise de solo é fundamental para a correta interpretação. A interpretação utilizada adiante na Interpretação da Análise do Solo é relacionada aos extratores empregados na metodologia a ser descrita.

Entretanto, também existem análises de solo relacionadas ao material constituinte interno, que são comumente, silício, alumínio e ferro, mas podem surgir outros elementos por ação da natureza ou ação externa, relacionada à ação antrópica. Para realiza-las a amostra passará por digestão. Para a Pedologia, o conhecimento dos teores totais de silício, ferro e alumínio se relacionam a índices de intemperismo e outras aplicações em

pedologia. Para estes objetivos as amostras serão preparadas utilizando a digestão do material e sua interpretação utilizará tabelas específicas.

Nos analitos obtidos serão aplicados os métodos químicos e instrumentais a seguir resumidos:

3.2 Volumetria

O método volumétrico é realizado pela medida exata do volume gasto por uma solução de concentração conhecida para reagir com outra de concentração desconhecida (extrato), num processo de adição gota a gota, denominado **titulação**. A solução titulante é colocada em uma bureta, onde se controlando a vazão pelo controle exercido em uma torneira, permitirá lentamente a queda desta solução a solução em análise que deverá estar contida em quantidade conhecida no interior de um erlenmeyer. A adição é interrompida quando os reagentes se equivalem, sendo isto percebido pelo operador através da ação de um indicador colocado previamente no analito.

Para compreender como se chega à concentração apresentada pela solução em análise (doravante denominada de extrato), deduz-se,

$$N = \frac{n^{\circ} \text{ eq.g}}{V \text{ (litro)}}$$

Se, a partir da equação de Normalidade (N), definida como o número de equivalentes-grama ($n^{\circ} \text{ eq.g}$) contido no volume (V), expresso em litro, de uma solução que:

$$n^{\circ} \text{ eq.g} = V \times N$$

No final da titulação, o $n^{\circ} \text{ eq.g}$ da substância reagente será igual ao da substância em estudo, em razão das reações químicas processarem-se em igualdade de número de equivalentes. Assim, no ponto de equivalência, tem-se que:

$$n^{\circ} \text{ eq.g}_{(\text{solução 1})} = n^{\circ} \text{ eq.g}_{(\text{solução 2})}$$

Desse modo, considerando a equação anterior, conclui-se que:

$$(V \times N)_{\text{solução 1}} = (V \times N)_{\text{solução 2}}$$

ou, ainda,

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Esta última equação é conhecida como **Equação Fundamental da Volumetria**. Com ela pode-se calcular a concentração da solução em estudo (VOGEL'S..., 1989; SKOOG et al., 2006).

De acordo com o tipo de reação que ocorre, o método volumétrico é classificado como:

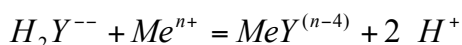
Volumetria de Complexação ou Complexometria, quando envolve reações em que haja formações de complexos;

- a) Volumetria de Neutralização, quando ocorrem reações entre ácidos e bases;
- b) Volumetria de Oxi-redução, quando ocorrem reações com transferência de elétrons;
- c) Volumetria de Precipitação, quando ocorre a formação de precipitados (este método não será empregado nas análises de solos).

Volumetria de complexação

É empregada na determinação do cálcio e do magnésio trocáveis. É utilizado, como titulante, um agente quelante, que é o sal dissódico derivado do ácido etilenodiaminatetracético conhecido como $\text{Na}_2\text{-EDTA}$, H_2Y^{4-} ou, simplesmente, EDTA que é adicionado na titulação sobre o extrato que é obtido com a ação de solução de KCl 1 N.

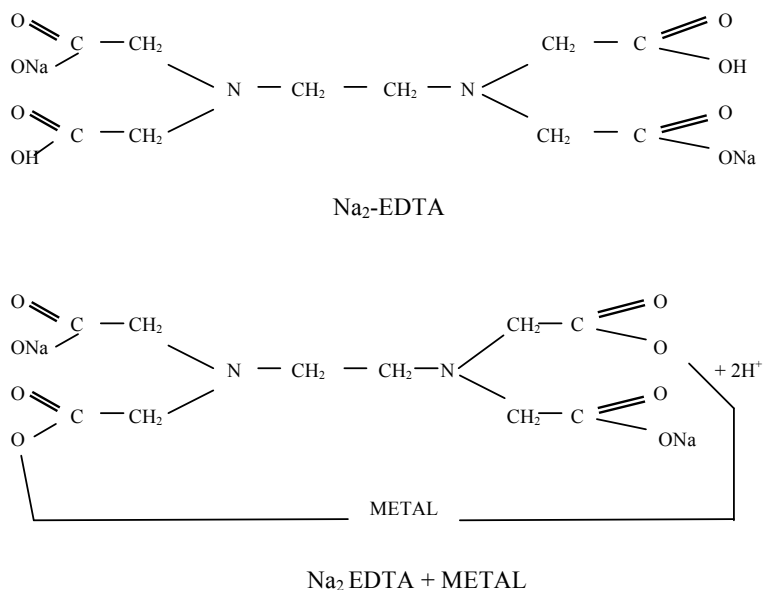
O EDTA, ao entrar em contato com o extrato, reage com a grande maioria dos íons metálicos existentes, formando complexos (ou compostos de coordenação). A equação geral que demonstra a reação é a seguinte:



O metal (Me^{n+}) forma um complexo com o EDTA ($\text{MeY}^{(n-4)}$), no qual resulta firmemente ligado, através da formação de duas ligações de coordenação com os nitrogênios de sua molécula, além das ligações com os oxigênios das hidroxilas, com liberação dos íons H^+ (figura 5).

A liberação dos íons H^+ aumenta à medida que a reação prossegue, com um conseqüente aumento na concentração desse íon e um decréscimo no valor do pH da solução, o que provoca um deslocamento no sentido da reação para a esquerda, ou seja, o principal produto da reação, que é o complexo formado, se dissocia, prejudicando a análise. Para obter o efeito inverso, que é o deslocamento do sentido da reação para a direita, formando o produto, é necessário aumentar o pH do meio e mantê-lo alto em todo o curso da análise. Isso é conseguido adicionando à solução, antes da titulação, uma **solução-tampão** pH 10.

Figura 5 - Complexo de Coordenação do EDTA antes e após contato com metal na solução.



Fonte: O Autor.

O EDTA forma complexos com a maioria dos metais existentes em solução, e como o interesse desta determinação se restringe à determinação dos íons cálcio e magnésio, deve ser usada uma

solução que elimine a ação dos íons estranhos ou interferentes, ou seja, dos íons que poderiam ser dosados juntamente com o cálcio e o magnésio, alterando o resultado da análise. Tal solução é denominada **emascarante**, e atua reagindo apenas com os íons interferentes, formando complexos mais estáveis do que os mesmos formariam com o EDTA. Desse modo, somente os íons cálcio e magnésio ficam livres para serem titulados pela solução de EDTA.

Na prática, a solução-tampão é ministrada juntamente com a solução emascarante, formando uma só solução denominada **coquetel** (GUIMARÃES et al., 1970; MENDHAN et al., 2002). O fim da reação entre o metal e o EDTA é detectado com o auxílio de um **indicador metalocrômico**, que é uma substância que reage com íons metálicos formando complexos coloridos relativamente estáveis, mas de coloração diferente da que possui quando livre.

Para determinação de cálcio + magnésio, o indicador metalocrômico usado é o Negro de Eriocromo T ou, como é mais comumente chamado, EBT (do inglês: Eriochrome Black T), pois reage com os íons cálcio e magnésio, formando complexo de coloração azul, coloração essa assumida pela solução antes de iniciar a titulação. No fim da titulação, quando o EDTA já reagiu com todo o cálcio e o magnésio e o indicador é totalmente liberado, a solução assume coloração rósea, característica do EBT quando livre.

Realizando a análise da forma descrita, o resultado obtido irá representar a concentração de $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$. Para obter as concentrações individuais de cada um desses íons, é necessário analisar outra alíquota do mesmo extrato, introduzindo duas alterações no procedimento: substituir a solução-tampão pH 10 por solução de hidróxido de potássio a 10 %, e substituir o indicador EBT pelo indicador murexida, ou pelo ácido calconcarboxílico, mais conhecido como calcon, que formam complexos de coloração mais estáveis e bem definidas com o cálcio. Ao elevar o pH para 12, os íons Mg^{++} precipitam como $\text{Mg}(\text{OH})_2$, ficando impedidos de reagir com o EDTA. Assim, apenas os íons Ca^{++}

serão dosados. O teor de magnésio é obtido por diferença entre o primeiro resultado, que dosa $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$, e o segundo, que dosa só o Ca^{++} (GUIMARÃES et al., 1970).

Volumetria de neutralização

A determinação da acidez potencial ($\text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$) e do alumínio trocável (Al^{+++}) é realizada por volumetria de neutralização que, como a denominação indica, ocorre através de reações entre ácidos e bases. Na análise de solo, é realizada sobre o extrato ácido contendo $\text{H}^+ + \text{Al}^{+++}$, obtido da extração com o uso de acetato de cálcio 1 N, e no extrato contendo somente Al^{+++} , obtido da extração com o uso de cloreto de potássio 1N. As diferenças de interpretação entre estes resultados, assim como da necessidade do uso de diferentes extratores, serão esclarecidas no capítulo referente à interpretação da análise.

Como a natureza desses extratos é ácida, é utilizada para a titulação a solução de hidróxido de sódio e, para este caso, é empregada a fenolftaleína como indicador (GUIMARÃES et al, 1970; VOGEL'S..., 1989).

Volumetria de oxi-redução

É empregada na determinação do carbono orgânico de solos, e baseia-se na ação oxidante do dicromato de potássio sobre a matéria orgânica, em presença de ácido sulfúrico, durante reação a quente, e titulação do excesso de dicromato com sulfato ferroso. Durante a análise, o carbono é oxidado pelo dicromato e os íons Fe^{++} do sulfato ferroso são oxidados a íons Fe^{+++} . A produção de Fe^{+++} confere coloração amarela à solução, o que é indesejável, pois irá prejudicar a visualização do ponto final da titulação. Para evitar esta interferência, é adicionado o ácido orto-fosfórico, que forma um complexo incolor entre os íons Fe^{+++} e o seu íon PO_4^{---} . O ponto final da titulação é identificado pelo aparecimento de coloração verde-forte, característica da forma oxidada do indicador difenilamina (MENDHAN et al., 2002).

3.3 Potenciometria

A potenciometria é o método mais empregado para a determinação do pH de solos em laboratórios. Inicialmente, porém, para uma melhor compreensão pelo estudante comentar-se-á a escala de pH.

A água, um eletrólito fraco, dissocia parcialmente liberando íons hidrogênio (H^+) e íons hidroxila (OH^-). Através do emprego da lei de ação das massas à reação de equilíbrio, foi possível demonstrar que o produto das concentrações dos íons H^+ e OH^- é uma constante, que ficou conhecida como constante de dissociação da água, variando seu valor somente com a temperatura e sendo o seu valor a 25 °C, aproximadamente, 10^{-14} . Na água pura, para cada íon hidroxila formado surge um íon hidrogênio, sendo idêntica a concentração de ambos, que é de 10^{-7} , pois $[H]^2$ e $[OH]^2$ é igual a 10^{-14} (GUIMARÃES et al., 1970; VOGEL'S..., 1989;).

Ocorre que, frequentemente, estão dissolvidos na água substâncias capazes de ceder a estes íons hidrogênio ou íons hidroxila, tornando a solução ácida ou básica, respectivamente. Este teor de acidez ou alcalinidade tem o conhecimento de sua quantidade frequentemente requerida em função da importância, sendo que para representá-la Sorensen criou, em 1909, uma apresentação simplificada da concentração do íon hidrogênio, utilizando o logaritmo negativo deste íon e denominando-o de pH. Isto simplificou grandemente o manuseio e a interpretação da escala de pH, que considera ácidos valores situados entre 0 e 7, e alcalinos valores entre 7 e 14, sendo 7 o valor indicativo da neutralidade, no qual íons de H^+ e HO^- se equivalem (VOGEL'S..., 1989; SKOOG et al., 2006).

A determinação do pH pelo método potenciométrico é devido à contribuição de NERNST que atentou que quando um metal é posto em contato com uma solução que contenha seus íons, estabelece-se um potencial entre o eletrodo e a solução, que

pode ser medido comparando-se com um eletrodo de referência (sendo muito empregado o eletrodo de calomelano saturado) e medindo-se a força eletromotriz do sistema resultante através de um voltímetro com a escala aferida em valores de pH (GUIMARÃES et al., 1970).

Para utilizar o aparelho medidor de pH, o potenciômetro ou pHmetro, como também é chamado, certos cuidados devem ser observados, para que a determinação seja coroada de êxito. O conjunto eletrodo/aparelho é bastante sensível, devendo ser manuseado com cuidado, para não ocorrerem danos ao mesmo.

O eletrodo de vidro¹⁰, que deverá ser conservado imerso em solução própria ou, no mínimo, em água destilada, jamais deverá ter seu bulbo tocado com os dedos. O aparelho sempre deverá ser calibrado com solução tampão e ter a temperatura ajustada, de acordo com a temperatura da solução em estudo, com o auxílio de um termômetro, caso não possua compensação automática de temperatura.

Deve ser reservado cuidado especial para a leitura dos manuais que acompanham cada aparelhagem, a fim de se adquirir familiaridade com as peculiaridades técnicas de cada aparelho.

3.4 Condutometria

É o método utilizado para se avaliar de forma quantitativa o teor de sais contidos em uma solução. Esse teor é obtido através da medida da condutibilidade elétrica (**C**), que é definida a partir da lei de Ohm:

$$E = I \times R$$

¹⁰ Atualmente é utilizado o eletrodo de vidro combinado, que é uma junção de dois eletrodos: o de vidro (eletrodo indicador) e o de referência.

Onde **E** representa a tensão ou potencial elétrico expressa em Volts, **I** a intensidade da corrente, em Ampères, e **R** a resistência em Ohms. A recíproca da resistência é denominada Condutância (**C**) e é medida em Ohms recíprocos (Ohms^{-1}) e referido como **mho** (reverso de Ohm). A seguinte fórmula expressa a Condutância:

$$C = K \times s / l$$

Onde **K** é a condutividade (anteriormente conhecida como condutância específica), **s** a seção e **l** o comprimento. Quando **C** é expresso em mho, **s** em centímetros quadrados e **l** em centímetros, o valor de **K** será expresso em mhos/cm.

A aparelhagem utilizada consiste, basicamente, de uma ponte de condutividade e célula de condutividade. O conjunto da aparelhagem completa é denominado **Condutímetro**.

Primeiramente, determina-se a constante K, através de calibração da célula condutimétrica, com uma solução de condutividade precisamente conhecida (a solução padrão de cloreto de potássio é a mais amplamente utilizada). A solução em estudo é, então, colocada na célula para determinação.

O resultado obtido fornece uma medida aproximada da quantidade de sais dissolvidos na solução, seja esta oriunda de águas naturais, ou da solução do solo. Como os teores de sais dissolvidos em solução do solo são de muito baixa magnitude, é frequente utilizar a unidade transformada em escala menor para milimhos/cm.

Atualmente, após a 14ª Conferencia Geral de Pesos e Medidas, realizada em 1971, o Siemens (**S**) passou a ser a Unidade que representa a condutividade (**C**) no Sistema Internacional de Unidades (SI). Foi uma homenagem ao inventor alemão Werner Von Siemens e fundador da Siemens AG que é uma grande indústria do setor de tecnologia. A homenagem, neste caso, não causa problemas na interpretação dos dados analíticos em virtude

de que 1 Siemens = 1 mho. Assim para transformar o resultado em milimho/cm se emprega a substituição por dS/m.

Para realizar a determinação da Condutividade, duas formas são recomendadas pelo Salinity Laboratory Staff e adotadas por diversos laboratórios espalhados pelo mundo: a determinação da condutância específica no sobrenadante 1:2 e a determinação da condutividade no extrato de saturação (HANDBOOK..., 1980).

A extração da solução do solo com o conteúdo natural de umidade fornece a medida mais exata da quantidade de sais solúveis no solo (JONES, 1984; VOGEL'S..., 1989), sendo que, quando a solução é diluída a condutividade decresce pela diminuição da quantidade de íons por cm^3 de solução que conduz a corrente. Isso exemplifica a necessidade de se padronizar a quantidade de água na metodologia empregada. No caso da determinação no extrato de saturação, se o conteúdo de água for acima ou abaixo do ponto de saturação, a condutividade será afetada.

Outro fator de interferência é a temperatura, que induz aumento na condutividade cada vez que esta cresce. Esta deverá ser ajustada no aparelho após a realização da leitura, utilizando-se um termômetro. Para a obtenção de resultados minimizados pela polarização os eletrodos deverão ser platinizados.

Assim sendo, é importante atentar para a metodologia empregada antes de realizar a interpretação dos resultados, lembrando que resultados obtidos no extrato água-solo 1: 2 serão sempre menores que os realizados na pasta saturada. Observar a regra que indica que cada resultado deve ser interpretado de acordo com a metodologia empregada (HANDBOOK..., 1980).

3.5 Espectrofotometria

Este é um método amplamente empregado em análise de solos na determinação de ânions, principalmente do fósforo disponível. Tal determinação é viável pelo fato de ser possível reagir o elemento ou composto a ser determinado no extrato,

de modo a adquirir coloração de intensidade proporcional à concentração na solução.

O método espectrofotométrico se baseia na medida de radiação luminosa absorvida em uma solução. Considerar-se-á um recipiente transparente contendo uma solução colorida, ao qual é incidida luz proveniente de uma fonte qualquer, e que é direcionada a atravessar a solução colorida. Certamente, não será possível a passagem da totalidade da luz incidida, sendo, portanto, absorvida de acordo com a intensidade de coloração que a solução apresenta e com o comprimento do trajeto percorrido pela luz.

Este fenômeno foi estudado inicialmente por Bouguer, em 1729, e Lambert, em 1768, que afirmaram que a fração da radiação absorvida por uma solução colorida é proporcional à espessura do meio absorvente.

Em 1852, Beer e Bernard demonstraram que a fração de radiação absorvida pelo meio é proporcional à concentração deste meio, quando a distância percorrida pela radiação na solução é constante.

Esses trabalhos permitiram o estabelecimento da lei de BEER- LAMBERT, (ou Lei LAMBERT- BOUGUER- BEER- BERNARD), ou, simplesmente, lei de BEER (MENDHAN et al., 2002; PATNAIK, 2004), que é a base da Espectrofotometria.

A relação entre a intensidade de luz emergente (I) e a intensidade de luz incidente (I_0) é definida como **transmitância** (T), e expressa pela relação abaixo:

$$T = I / I_0$$

A intensidade de luz emergente da solução poderá ser, no máximo, igual a intensidade de luz incidente; ou seja, quando não há absorção de luz pelo meio, $I = I_0$, e a transmitância terá valor máximo igual a um:

$$T = I_0 / I_0 = 1$$

Quando ocorre absorção total da luz, não há luz emergente, e I será igual a zero. Nesse caso, a transmitância terá valor mínimo igual à zero:

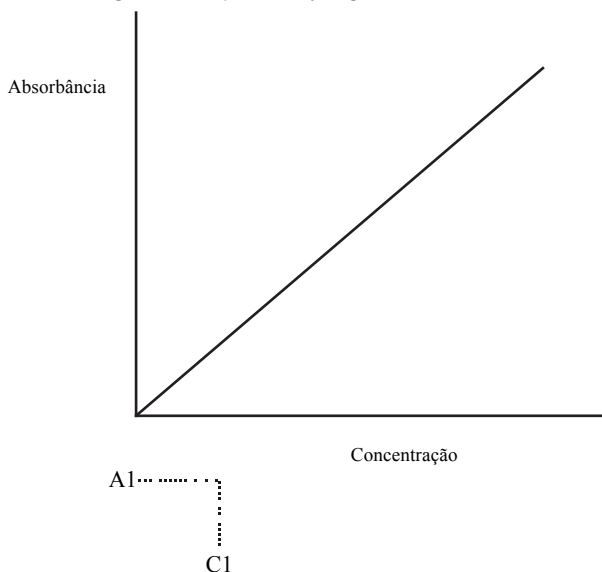
$$T = 0/I_0 = 0$$

Com isto, conclui-se que a transmitância varia entre 0 e 1.

Alguns aparelhos expressam valores percentuais de transmitância, e essa variação ficará situada entre 0 e 100 (VOGEL'S..., 1989).

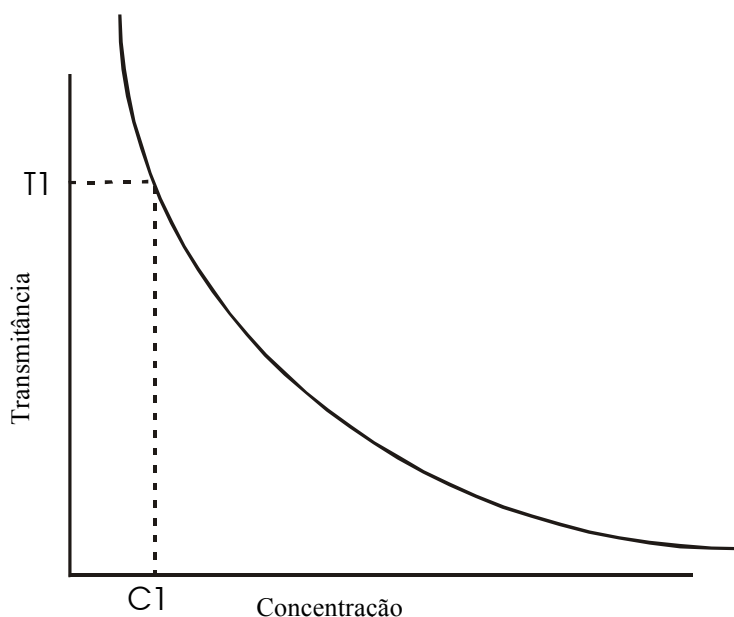
Denomina-se absorbância (A), o logaritmo do inverso da transmitância. É função linear direta da concentração (que varia durante a análise de acordo com a amostra) e da espessura da solução (que será mantida constante). Sua representação gráfica é apresentada na figura 6 (VOGEL'S..., 1989; ROUESSAC, F.; ROUESSAC, A. 2007).

Figura 6 - Representação gráfica da absorbância.



Fonte: O Autor.

A representação gráfica da transmitância é uma curva exponencial, como observado a seguir na figura 7.

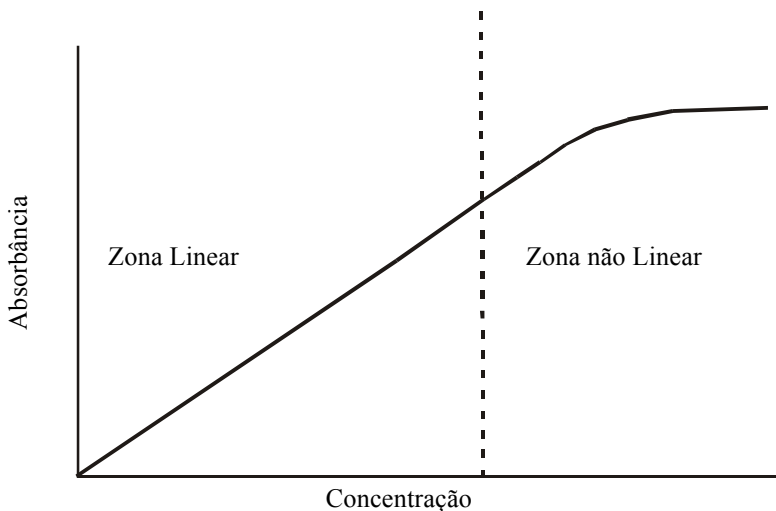
Figura 7 - Representação gráfica da transmitância

Fonte: O Autor.

Analisando os dois exemplos gráficos anteriormente expostos, pode-se verificar facilmente a proporcionalidade entre os valores de absorvância e transmitância, que são, respectivamente, direta e inversamente proporcionais à concentração da solução e, após confecção do gráfico, torna-se simples a determinação da concentração de um composto ou de um elemento em solução que possa reagir quimicamente a adquirir coloração. Como a proporcionalidade da concentração em relação à absorvância é linear, normalmente as interpolações são realizadas utilizando gráfico confeccionado da leitura em absorvância de padrões de concentração conhecida e interpolando-se o resultado da amostra em pesquisa neste gráfico (MENDHAN et al., 2002). Alguns aparelhos realizam este cálculo, apresentando o resultado em concentração e demonstrando a curva numa tela.

A lei de Beer-Lambert deve ser empregada com o uso de luz, aproximadamente monocromática e soluções diluídas. Como já foi afirmado anteriormente, à medida que a concentração cresce a absorvância também cresce, proporcionalmente, isto até certo ponto onde a linearidade deixa de existir, como exemplificado na figura 8 (VOGEL'S..., 1989; ROUESSAC, F.; ROUESSAC, A., 2007):

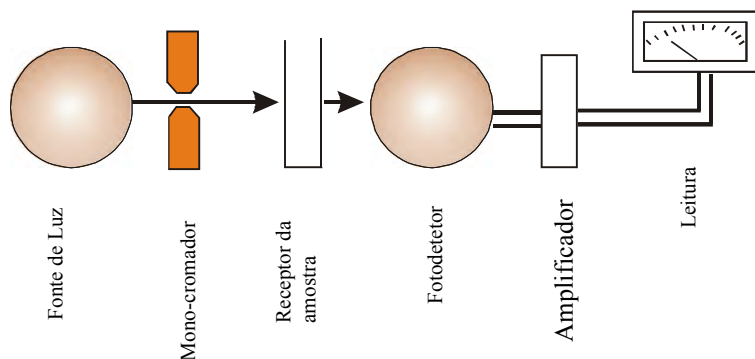
Figura 8 - Representação gráfica do desvio da lei de Beer.



Fonte: O Autor.

Este fato deve ser observado durante uma determinação em que porventura surjam amostras com alta concentração do elemento a ser determinado. Para evitar que leituras de amostras concentradas se situem na região em que a função perde a linearidade, deve-se diluir a amostra de forma que a leitura esteja entre as leituras apresentadas pelos padrões empregados na elaboração da curva. Para realizar os cálculos dos resultados, é necessário considerar a diluição efetuada.

Um colorímetro ou espectrofotômetro pode ser representado da forma que se encontra na figura 9, a seguir:

Figura 9 - Representação esquemática de um espectrofotômetro.

Fonte: O Autor.

Pode-se perceber, analisando-se o esquema acima, o trajeto percorrido pela luz que inicia em sua fonte e finaliza no fotodetector. A fonte de luz mais empregada é a lâmpada de tungstênio que fornece energia luminosa abrangendo a faixa do visível a adjacências das faixas infravermelho e ultravioleta. Certos aparelhos são preparados para operar unicamente na faixa ultravioleta, necessitando, neste caso, de fontes especiais de radiação, como a lâmpada de descarga de hidrogênio (RUBINSON, K.; RUBINSON, J., 2001).

Durante o trajeto percorrido pela luz após a fonte, esta percorre o monocromador (monos = 1, cromos = cor) que possui a importante função de selecionar e enviar ao receptáculo da amostra a radiação complementar da amostra em estudo. A seleção de luz ou monocromação pode ser efetuada através de diversos tipos de monocromadores, desde um simples vidro colorido até o uso de prismas, sendo denominado de **colorímetro** o aparelho equipado com monocromadores de filtro de cor, e **espectrofotômetro** o aparelho que possui monocromadores de prisma, que permitem melhor seleção e aumentam a amplitude de uso.

A luz, após sofrer seleção, deverá percorrer o recipiente onde se encontra a amostra, o qual é confeccionado com vidro de alto

índice de transparência, para permitir a passagem da luz. Em geral os aparelhos são providos de um local em que o recipiente é alojado, sem que sofra interferência da luz externa.

Após ter percorrido a amostra, a luz deverá incidir em um fotodetector que, agindo como um fotômetro (fotos = luz, metro = medida), realizará a medição da intensidade luminosa através da conversão da energia luminosa em energia elétrica, a qual é facilmente mensurada com o emprego de um amperímetro. Células fotoelétricas ou fotomultiplicadoras podem ser empregadas como fotodetector, devendo o sinal elétrico sofrer uma amplificação antes de ser enviado ao amperímetro para leitura do resultado. Quando o fotodetector é uma célula fotovoltaica, o sinal pode ser enviado diretamente ao amperímetro (VOGEL'S..., 1989; SKOOG et al., 2006).

Existem modelos analógicos e digitais de amperímetros. Em alguns aparelhos sofisticados, as medidas são acompanhadas em monitores acoplados a sistemas de computação. As curvas de calibração são visualizadas na tela e as interpolações necessárias são efetuadas. Ligados à impressora, os dados são registrados com rapidez e eficiência.

3.6 Fotometria de chama

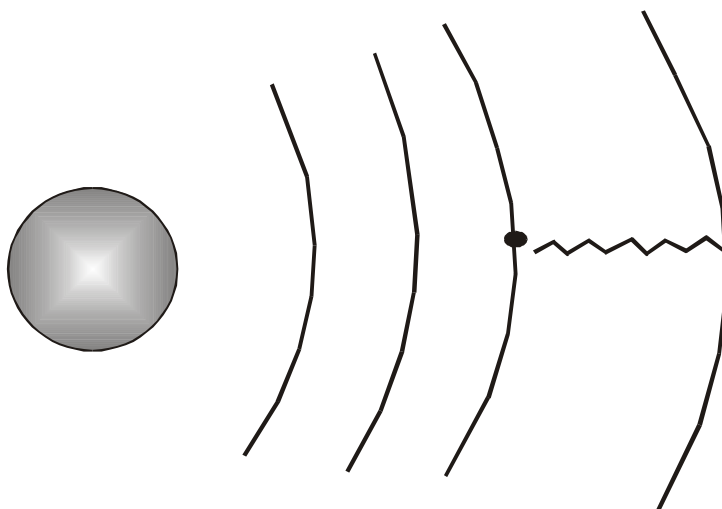
Este método baseia-se nas alterações sofridas por certos átomos que, quando em contato com o calor de uma chama, emitem radiação monocromática, facilmente mensurável, proporcional à sua concentração no extrato.

A amostra, que deverá estar em solução, é transformada em aerossol e lançada em direção à chama. Imediatamente ocorre a evaporação da fração líquida, restando um resíduo sólido que, vaporizado na chama, se converte em moléculas gasosas. Estas, por ação do aquecimento, transformam-se em átomos neutros.

Um dos elétrons dos átomos neutros é excitado pelo calor da chama, indo de orbitais mais internos, menos energéticos,

para orbitais externos, mais energéticos, provocando um ganho de energia nestes átomos. Ao retorno do elétron à posição original (Figura 10), a energia adicional recebida é devolvida ao meio ambiente na forma de luz (PATNAIK, 2004).

Figura 10 - Luz monocromática sendo liberada ao retorno do elétron à posição original.



Fonte: O Autor.

A luz emitida pelos elementos excitados pela chama é característica própria de cada elemento, com comprimento de onda estabelecido para cada um. Sua intensidade é proporcional à quantidade do elemento na chama e, conseqüentemente, na solução (RUBINSON, K.; RUBINSON, J., 2001).

Como exemplo de onda de linha de ressonância de alguns elementos, pode ser citada a do cálcio (422,7 nm), a do potássio (766,5 nm), e a do sódio (589,0 nm) (43).

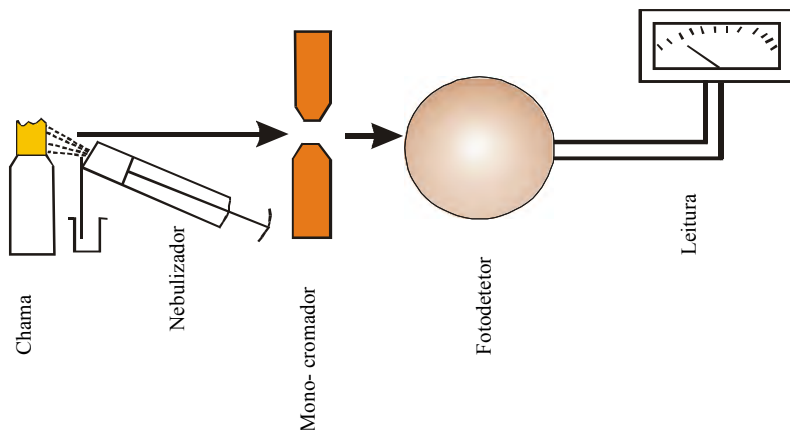
No fotômetro de chama representado esquematicamente na figura 29, a análise é iniciada na unidade queimadora-nebulizadora de combustível, onde ocorre a queima do gás combustível juntamente com a solução em estudo previamente convertida em aerossol.

Os queimadores que realizam a mistura do aerossol com o gás antes da queima são denominados queimadores de pré-mistura ou de escoamento laminar. Existem, ainda, queimadores que realizam a mistura do gás com o aerossol somente após o contato com a chama já acesa, são chamados queimadores de fluxo turbulento ou de consumo total.

A luz emitida pelo elemento incide em um monocromador, que seleciona a radiação a ser mensurada, permitindo que somente a frequência do elemento a ser dosado atinja o fotodetector. No fotodetector, a energia luminosa é convertida em energia elétrica, a qual é enviada a um amperímetro para ser mensurada (Figura 11).

Para obter os resultados, deve-se construir uma curva de calibração, com padrões do elemento a ser dosado, e interpolar o valor encontrado com a amostra em estudo (MENDHAN et al., 2002; RUBINSON, K.; RUBINSON, J., 2001).

Figura 11 - Representação esquemática de um Fotômetro de Chama.



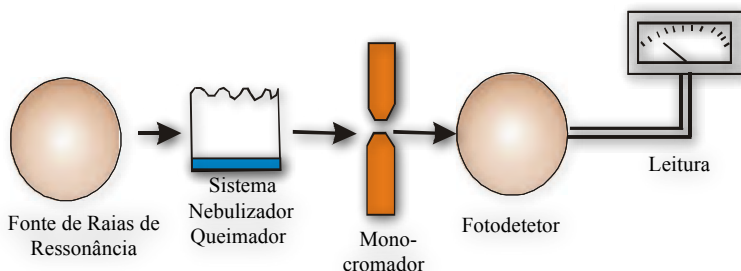
Fonte: O Autor.

3.7 Espectrofotometria de absorção atômica

No tópico anterior, aprendeu-se que uma solução contendo um íon, ao ser posta em contato com uma chama, após evaporar a fração líquida, forma em geral um vapor que contém os seus átomos. Alguns destes átomos podem excitar-se adquirindo energia a ponto de terem a localização de alguns de seus elétrons alterada, enviando ao meio ambiente radiação característica deste elemento no momento de seu retorno à posição original, sendo este o princípio da fotometria de emissão de chama.

No entanto, a maioria dos elementos presentes na solução, e, conseqüentemente, na chama, permanece em estado fundamental, não excitado. Estes átomos são suscetíveis à absorção de radiação de ressonância característica à sua própria, ou seja, caso seja enviada na direção da chama, radiação cujo comprimento de onda de linha de ressonância seja o mesmo do elemento que se deseja mensurar, esta sofrerá absorção correspondente à quantidade de átomos existentes na chama e, conseqüentemente, na amostra (SLAVIN, 1968; ROUESSAC, F.; ROUESSAC, A., 2007).

Esta medida da radiação que foi absorvida pelos átomos que porventura estivessem na chama, ou da medida da radiação que transponha a chama, emprega os mesmos princípios da espectroscopia, medindo-se a absorbância ou a transmitância apresentada após a passagem da radiação de ressonância característica pela chama que contém os elementos a serem mensurados. Estes princípios permitiram a elaboração de aparelhagem destinada a mensurar metais dissolvidos em uma solução, denominada Espectrofotômetro de Absorção Atômica, cuja representação esquemática é apresentada na figura 12, a seguir:

Figura 12 - Espectrofotômetro de absorção atômica em esquema.

Fonte: O Autor.

Observa-se que o aparelho é formado, principalmente, pela fonte de raios de ressonância, um sistema nebulizador queimador, um monocromador, o fotodetector e por um sistema de leitura.

A fonte de raios de ressonância mais comumente utilizada é a lâmpada de cátodo oco, que contém no interior um cátodo cilíndrico oco e que é formado pelo mesmo elemento que se deseja determinar na chama. Após ter-se aplicado uma diferença de potencial elétrico de caráter elevado nos eletrodos da lâmpada, é produzida uma descarga elétrica que origina íons no argônio ou neônio que está no interior da lâmpada, e que são atraídos ao cátodo, colidindo com este, provocando a emissão de radiação de ressonância característica (VOGEL'S..., 1989; RUBINSON, K.; RUBINSON, J. 2001).

O local onde a mistura de gás comburente e a amostra nebulizada é queimada ocorre no queimador - nebulizador, sendo, geralmente, empregado do tipo de pré - mistura, onde gases mais amostras nebulizadas são misturadas antes de ser enviados à chama. Em espectrofotometria de absorção atômica, a porção final do queimador apresenta o formato horizontal com uma pequena fenda, o que provoca uma chama longilínea, permitindo que a radiação emitida pela lâmpada percorra toda a extensão da chama.

O monocromador tem a função de selecionar a raia de ressonância de todas as raios de ressonância não absorvidas emitidas

pela fonte de radiação. Para realizar esta seleção, podem-se utilizar diversos materiais, sendo muito empregadas as redes de difração, pela eficiente dispersão que apresentam (VOGEL'S..., 1989).

O fotodetector realiza a transformação da energia luminosa em energia elétrica, que é facilmente mensurável em amperímetros, sendo bastante empregada para esta transformação a célula fotomultiplicadora, em virtude da necessidade de maior sensibilidade espectral (RUBINSON, K.; RUBINSON, J., 2001).

Como a quantidade de radiação absorvida pelos átomos é proporcional à sua concentração, torna-se fácil obter a concentração do elemento em estudo realizando interpolação dos resultados obtidos em uma curva construída a partir de padrões de concentração conhecida, confeccionada anteriormente à análise.

Em virtude de peculiaridades para a construção da fonte de raios de ressonância, não poderão ser analisados por este método os gases permanentes, os halogêneos, o carbono e o fósforo.

Diversos fatores podem influenciar no resultado da análise em função da chama, e são conhecidos por interferências. Existem interferências espectrais e interferências químicas, exemplificando, certa interferência química é representada pela formação de produtos estáveis na chama, ocorrendo quando o produto não se dissocia completamente na chama, como na determinação do cálcio na presença de fosfato ou sulfato como ocorre em análise de solo. Empregam-se, para evitar esta interferência, agentes de liberação que formam um composto com o radical interferente, no caso anterior com o fosfato ou com o sulfato, liberando o elemento para ser dosado na chama. Por este motivo, na determinação do cálcio é adicionado à amostra e aos padrões um excesso de cloreto de lantânio ou estrôncio que participará da formação de um composto com o interferente liberando o cálcio (VOGEL'S..., 1989).

4

A Sequência das Análises Químicas

Determinação de cálcio e magnésio trocáveis por volumetria de complexação. Determinação de cálcio e magnésio trocáveis empregando Espectrofotometria de Absorção Atômica na determinação de cálcio e magnésio. Determinação de alumínio trocável por Volumetria de Neutralização. Determinação de acidez potencial por Volumetria de Neutralização. Determinações do carbono orgânico por volumetria de oxi-redução. Determinação do nitrogênio total. Considerações sobre a determinação de carbono, hidrogênio, nitrogênio e enxofre por análise elemental instrumental. Determinação do potencial de hidrogênio – pH. Determinações da condutividade elétrica. Determinações do fósforo disponível. Determinações do potássio e sódio trocáveis por fotometria de chama. Determinações no complexo de laterização

OBS 1: A unidade de volume do Sistema Internacional (SI) é o **m³**. Entretanto o **litro** é amplamente empregado em análises químicas, sendo tolerado pelo do CIPM (Comité International des Poids et. Mesures). A 16ª Conférence des Poids et. Mesures, reconhecendo a semelhança entre a letra **l** o número **1**, sugeriu empregar a letra **L** maiúscula. Dessa forma, para não confundir alunos e usuários, as unidades referentes a volume adotadas neste livro utilizam o **L** ou o **mL**.

OBS 2: As unidades apresentadas pelas análises de solos em seus resultados são as adotadas pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, entretanto, por motivos didáticos serão também informadas outras unidades, que eram anteriormente usadas, como o meq/100 mL TFSA ou a porcentagem, ainda amplamente encontradas na bibliografia publicada anteriormente à resolução que alterou as unidades que devem ser empregadas para expressar os resultados. No capítulo “interpretação dos resultados” o assunto “unidades” será abordado com maior intensidade.

OBS 3: Os métodos aqui apresentados, utilizam a metodologia empregada em laboratórios de solos no Brasil, que são relacionadas à determinação no extrato (que representa os íons disponíveis), que é o analito retirado do solo utilizando soluções extratoras, e empregam métodos instrumentais adequados aos teores comuns nos solos (EMBRAPA SOLOS, 2011). Análises em teores totais não são utilizadas normalmente em análise de solo para a agricultura. No entanto podem ser solicitadas. Devem, no entanto, empregar metodologias instrumentais eficientes para pequenos teores, como o ICP MS ou ICP OES.

4.1 Determinação de cálcio e magnésio trocáveis por volumetria de complexação (GUIMARÃES et al., 1970; CARDOSO, 1982; BRADY, 1989; EMBRAPA, 2011).

OBS 1: Em diversas publicações (GUIMARÃES et al., 1970) era empregado o cianeto de potássio na preparação da solução emascarante, para posterior mistura ao COQUETEL. Após experimentação e testes realizados em diversos solos amazônicos o cianeto foi retirado da sequência de preparo em razão de sua

periculosidade e da obtenção de resultados satisfatórios, obtidos com os outros componentes da mistura.

OBS 2: De acordo com EMBRAPA (2011) o EDTA é sal derivado de ácido e base forte dispensando a prova em branco sistemática. Empregando KCl de boa qualidade e procedência resultados bons serão atingidos pela reação ao indicador. No entanto recomenda que em solos com elevado teor de matéria orgânica é recomendado empregar o método espectrofotométrico por absorção atômica, em virtude de íons H^+ que são dissociados durante a extração, também serem determinados durante a titulação.

1ª Etapa: Extração

- Colocar 10 mL de TFSA, em erlenmeyer de 250 mL, e adicionar 100 mL de KCl 1N pH 7;
- Agitar durante 30 minutos em agitador horizontal circular;

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

- 2ª Etapa: Determinação de $Ca^{2+} + Mg^{2+}$
- Pipetar 25 mL do extrato límpido e sobrenadante e transferir para erlenmeyer de 125 mL;
- Adicionar 4 mL do **coquetel** constituído de trietanolamina e solução-tampão pH 10;
- Três gotas ou uma pitada (de acordo com a forma de preparo) do indicador negro de eriocromo T (EBT) ¹¹;

¹¹ Ocasionalmente (de forma rara), ao colocar-se o indicador nota-se o aparecimento de coloração pardo – acinzentada, ao invés da rósea, devido à interferência de manganês. Neste caso, deve ser acrescentada $\frac{1}{2}$ pitada de ácido L - ascórbico, titulando-se em seguida.

- Titular com solução 0,025 N de EDTA até a viragem de róseo para azul puro.

O teor de $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ existente na amostra é dado pela igualdade:

$$(\text{teor de } \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) \text{ meq}/100 \text{ mL TFSA} = \text{mL EDTA gastos na titulação} =$$

Ou;

$$(\text{teor de } \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) \text{ cmol}_c/\text{dm}^3 = \text{mL EDTA gastos na titulação}$$

3ª Etapa: Determinação do Ca^{2+}

- Pipetar 25 mL do restante do líquido sobrenadante, obtido na extração de cálcio + magnésio trocáveis, e colocar em erlenmeyer de 125 mL;
- Adicionar 2 mL de solução trietanolamina e 3 mL de solução de KOH a 10 % e uma pitada do indicador murexida;
- Titular com EDTA 0,025 N até viragem do róseo para roxo. Anotar o volume gasto na bureta.

- O teor de Ca^{++} existente na amostra é dado pela igualdade:

$$(\text{teor de } \text{Ca}^{2+}) \text{ meq}/100 \text{ mL TFSA} = \text{mL EDTA gastos na titulação}$$

Ou;

$$(\text{teor de } \text{Ca}^{2+}) \text{ cmol}_c/\text{dm}^3 = \text{mL EDTA gastos na titulação}$$

- O teor de Mg^{++} existente na amostra é obtido por diferença, conforme a igualdade:

$$(\text{teor de Mg}) \text{ meq } \text{Mg}^{2+} /100 \text{ mL TFSA} = (\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) - (\text{Ca}^{2+})$$

Ou;

$$(\text{teor de Mg}) \text{ cmol}_c/\text{dm}^3 = (\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) - (\text{Ca}^{2+})$$

Preparação de soluções para as dosagens de Ca^{++} e Mg^{++} utilizando EDTA (BLOISE; MOREIRA, 1976)

Solução extratora KCl 1 N pH 7: dissolver 74,56 g de KCl em água destilada e diluir a 1 litro. Aferir o pH utilizando gotas de HCl ou KOH, de acordo com a necessidade.

Indicador negro de eriocromo T (EBT) em forma pulverizada: pesar 1 g de EBT e misturar com NaCl anidro, até obter completa homogeneização.

Indicador negro de eriocromo T (EBT) em solução: dissolver 1 g de EBT em 100 mL de álcool metílico. Conservar em frasco plástico.

Coquetel: colocar, em proveta graduada com capacidade mínima de 1 litro, 600 mL de solução-tampão + 300 mL de trietanolamina.

Solução-tampão pH 10: colocar, em proveta graduada com capacidade mínima de 1 litro, 67,5 g NH_4Cl dissolvidos em 200 mL de água + 600 mL de amônia concentrada + 616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 0,930 g de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ e completar o volume para 1 litro com água destilada.

Solução de EDTA 0,05 M, f = 1 (solução estoque): dissolver 18,8 g de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ em um litro de água destilada.

A correção da concentração (para $f = 1$) é realizada adotando-se o seguinte procedimento:

- a) Colocar, em erlenmeyer de 125 mL, 10 mL de solução de CaCO_3 0,05 M + 4 mL de coquetel + 30 gotas de água destilada + 3 gotas, ou uma pitada, de EBT;
- b) Titular com a solução de EDTA até viragem de róseo para azul puro. O volume gasto de EDTA deve ser exatamente 10 mL;
- c) Se o volume for menor, acrescentar água à solução de

EDTA e, se for maior que 10 mL acrescentar mais Na_2EDTA , até serem gastos os 10 mL.

Solução de CaCO_3 0,05 M: colocar 5 g de CaCO_3 em becker de 400 mL, umedecer com um pouco de água destilada e, em seguida, gotejar HCl concentrado, até não aparecer efervescência. Levar ao fogo caso a dissolução não seja total¹². Resfriar, transferir para balão volumétrico de 1 litro e completar o volume com água destilada.

Solução de EDTA 0,025 N: transferir 250 mL da solução estoque para um balão volumétrico de 1 litro e completar o volume com água destilada.

Indicador murexida: misturar em um gral de porcelana, até completa homogeneização, 0,5 g de Murexida com 100 g de K_2SO_4 .

Solução de KOH 10 %: dissolver 100 g de KOH em cerca de 500 mL de água destilada, resfriar e completar a 1 litro.

4.2 Determinação de cálcio e magnésio trocáveis empregando Espectrofotometria de Absorção Atômica na determinação de cálcio e magnésio (CAMARGO et al., 1986; HANDBOOK..., 1980).

1ª Etapa: Determinação cálcio

- Colocar 5 g de TFSA, em erlenmeyer de 125 mL, e adicionar 50 mL de KCl 1N¹³;
- Agitar durante 5 minutos em agitador horizontal circular e deixar em repouso por uma noite;
- Retirar, com pipetador Sendorf, 0,2 mL do extrato límpido e sobrenadante, transferir para recipiente plástico, e adicionar 2 mL de solução de lantânio a 1%;

¹² Este procedimento é adotado, porque o CaCO_3 é pouco solúvel em água.

¹³ Caso seja necessário, pode ser realizada extração em que menor quantidade de extrato é obtida.

- Pipetar 0,2 mL de cada uma das soluções padrão de cálcio, colocar em recipientes plásticos e adicionar 2 mL de solução de lantânio a 1%, resultando soluções padrão de leitura a 1, 2, 4, e 8 ppm de cálcio;
- Preparar a prova em branco utilizando apenas 0,2 mL de KCl 1N e 2 mL de solução de lantânio a 1%;
- Realizar leitura, em absorbância, da prova em branco, no espectrofotômetro de absorção atômica, zerando o aparelho;
- Ler, em seguida, as absorbâncias das soluções padrão e, finalmente, as das soluções contendo as amostras.

2ª Etapa: Determinação do magnésio

- Retirar, com pipetador Spendorf, 0,1 mL do extrato límpido e sobrenadante obtido para a dosagem do cálcio, transferir para recipiente plástico, adicionar 2 mL de solução de lantânio a 1%;
- Pipetar 0,1 mL de cada uma das soluções padrão de magnésio, colocar em recipientes plásticos e adicionar 2 mL de solução de lantânio a 1%, resultando soluções padrão de leitura a 0,1; 0,2; 0,4 e 0,8 ppm de magnésio;
- Preparar a prova em branco utilizando apenas 0,1 mL de KCl 1N e 2 mL de solução de lantânio a 1%;
- Realizar leitura, em absorbância, da prova em branco, no espectrofotômetro de absorção atômica, zerando o aparelho;
- Ler, em seguida, as absorbâncias das soluções padrão e, finalmente, as das soluções contendo as amostras.

Cálculos

Para obtenção da concentração (c) em ppm, utilizar a expressão:

$$c = L \times f \times d$$

L: leitura obtida no aparelho

f: fator obtido através de cálculo de média entre os padrões

d: fator de diluição

O fator **f** é obtido com a expressão:

$$f = \frac{\frac{1}{Lp_1} + \frac{2}{Lp_2} + \frac{4}{Lp_3} + \frac{8}{Lp_4}}{4}$$

Em que L_p corresponde à leitura de cada padrão no aparelho.

Preparação de soluções para as dosagens de Ca^{++} e Mg^{++} utilizando Espectrofotometria de Absorção Atômica

Solução extratora KCl 1 N pH 7: dissolver 74,56 g de KCl em água destilada e diluir a 1 litro. Aferir o pH utilizando gotas de HCl ou KOH de acordo com a necessidade.

Solução de lantânio a 1%: dissolver 62,34 de nitrato de lantânio¹⁴ em água destilada, transferir para um balão volumétrico e completar o volume para 2 litros.

Solução de magnésio 1000 ppm: dissolver, em um becker, 1 g de Mg metálico na menor quantidade possível de HCl 1:1, aquecendo levemente. Transferir para balão volumétrico de 1 litro e completar o volume com HCl 1 %. Pode-se empregar solução padrão de magnésio, adquirida no comércio em ampolas, diluindo o conteúdo conforme indicado no rótulo das embalagens. Esta solução deve ser conservada em geladeira.

Solução de cálcio 500 ppm: dissolver, em um becker, 1,25g de CaCO_3 seco em 20 mL de HCl 1:1, aquecendo levemente. Adicionar cerca de 300 mL de água destilada e transferir para balão volumétrico de 1 litro, completando o volume com água

¹⁴ Pode ser utilizado óxido de lantânio, dissolvendo-o em pequena quantidade de ácido nítrico 1:1 e completando o volume com água destilada.

destilada. Pode-se empregar solução padrão de cálcio, adquirida no comércio em ampolas, diluindo o conteúdo conforme indicado no rótulo.

Solução de magnésio 50 ppm: pipetar 5 mL da solução de magnésio a 1000 ppm, transferir para balão de 100 mL de capacidade e completar o volume com água destilada.

Soluções padrão de cálcio¹⁵:

Solução padrão de cálcio 10 ppm: pipetar 2 mL da solução de cálcio 500 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada.

Solução padrão de cálcio 20 ppm: pipetar 4 mL da solução de cálcio 500 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada.

Solução padrão de cálcio 40 ppm: pipetar 8 mL da solução de cálcio 500 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada.

Solução padrão de cálcio 80 ppm: pipetar 16 mL da solução de cálcio 500 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada.

Soluções padrão de magnésio¹⁶:

Solução padrão de magnésio 1 ppm: pipetar 2 mL da solução de magnésio 50 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada;

Solução padrão de magnésio 2 ppm: pipetar 4 mL da solução de magnésio 50 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada;

Solução padrão de magnésio 4 ppm: pipetar 8 mL da solução de magnésio 50 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada;

¹⁵ Acondicioná-las em frascos plásticos; mantê-las em geladeira e renová-las a cada 30 dias.

¹⁶ Acondicioná-las em frascos plásticos; mantê-las em geladeira e renová-las a cada 30 dias.

Solução padrão de magnésio 8 ppm: pipetar 16mL da solução de magnésio 50 ppm, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada.

4.3 Determinação de alumínio trocável por Volumetria de Neutralização (GUIMARÃES et al., 1970; Adaptado de CARDOSO, 1982)

1ª Etapa: Extração

- Pipetar 25 mL do mesmo extrato obtido durante a extração para determinação de cálcio e magnésio e transferir para erlenmeyer de 125 mL¹⁷;

2ª Etapa: Determinação

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

O teor de alumínio trocável na amostra é dado pela igualdade:

(teor de Al^{3+}) meq 100 mL de TFSA = mL de NaOH gastos na bureta.

Ou expressando em $cmol/dm^3$:

(teor de Al^{3+}) $cmol/dm^3$ = mL de NaOH gastos na bureta

4.4 Determinação de acidez potencial por Volumetria de Neutralização (GUIMARÃES et al., 1970; CARDOSO, 1982; EMBRAPA, 2011).

1ª Etapa: Extração

- Transferir 10 mL de TFSA para um erlenmeyer de 125 mL e adicionar 100 mL de solução de acetato de cálcio 1 N, pH 7;

¹⁷ Caso não possua este material já extraído conjuntamente para a determinação de Ca + Mg, realizar nova extração como descrito no método de determinação de cálcio e magnésio trocáveis.

- Agitar por 30 minutos em agitador horizontal circular, e deixar em repouso por uma noite em frascos tampados;

2ª Etapa: Determinação

- Pipetar 25 mL do líquido sobrenadante obtido e colocar em erlenmeyer de 125 mL;
- Adicionar 3 gotas de fenolftaleína a 1 % e titular com solução de NaOH 0,025 N até mudança na coloração de incolor para levemente rósea. Anotar o volume gasto na bureta (La).

3ª Etapa: Prova em branco

- a) Transferir 25 mL da solução de acetato de cálcio 1 N, pH 7, para um erlenmeyer de 125 mL;
- b) Adicionar 3 gotas de fenolftaleína e titular com NaOH 0,025 N até mudança na coloração de incolor para levemente rósea. Anotar o volume gasto na bureta (Lb).

A acidez potencial, expressa em meq de $H^+ + Al^{+++}$, existente na amostra é dada pela expressão abaixo:

$$(\text{teor de } H^+ + Al^{3+}) \text{ meq}/100 \text{ mL de TFSA} = (La - Lb) \cdot f_{NaOH}$$

Ou, expressando em $cmol_c/dm^3$:

$$(\text{teor de } H^+ + Al^{3+}) \text{ } cmol_c/dm^3 = (La - Lb) \cdot f_{NaOH}$$

Onde:

La = volume gasto (mL) de titulante na determinação com Amostra

Lb = volume gasto (mL) de titulante na prova em branco.

f_{NaOH} = fator de correção da concentração da solução de NaOH

O valor de H (conhecido por Acidez não Trocável) pode ser fornecido, diminuindo o valor obtido da Acidez Potencial ($H^+ + Al^{3+}$) do valor obtido da determinação de Al^{3+} (conhecido por Acidez Trocável):

$$(\text{Teor de } H^+) \text{ cmol}_c/\text{dm}^3 = (H^+ + Al^{3+}) - (Al^{3+})$$

Preparação de soluções para a determinação do alumínio trocável (BLOISE; MOREIRA, 1976; GUIMARÃES et al., 1970).

Fenolftaleína 1 %: pesar 1 g de fenolftaleína e completar a 100 mL com álcool metílico.

NaOH 1 N: pesar 40 g de NaOH, dissolver em água destilada, resfriar e completar o volume a 1 litro.

NaOH 0,025 N: pipetar 25 mL de NaOH 1 N e diluir a 1 litro.

Determinação do fator de correção da Solução de NaOH.

- Transferir 10 mL de solução 0,025 N de biftalato de potássio para um erlenmeyer de 125 mL e adicionar 3 gotas de fenolftaleína;
- Titular com a solução de NaOH 0,025 N e anotar o volume gasto (V).

O fator será dado pela expressão:

$$f_{NaOH} = \frac{0}{V}$$

Onde, V = volume gasto na titulação

Biftalato de potássio 0,015 N: Dissolver em 1 litro de água destilada 5,1055 g biftalato de potássio.

Solução extratora acetato de cálcio 1 N: Dissolver em 1 litro de água destilada 88,1 g de acetato de cálcio. Corrigir o pH a 7 com ácido acético ou com hidróxido de cálcio conforme a necessidade.

4.5 Determinações do carbono orgânico por volumetria de oxi-redução

Através de volumetria de oxi-redução, o método Walkley-Black (EMBRAPA, 2011; CARDOSO, 1982; GUIMARÃES et al., 1970; WALKLEY; BLACK, 1934), baseia-se na ação oxidante do dicromato de potássio sobre a matéria orgânica do solo, em presença de ácido sulfúrico, durante a reação a quente, e titulação do excesso com sulfato ferroso amoniacal.

Durante a análise ocorre a liberação de íons Fe^{+++} , que proporciona coloração amarela à solução e, para evitar esta interferência, é adicionado o ácido orto-fosfórico, que forma um complexo incolor com Fe^{+++} , através de seu íon PO_4^{---} .

O ponto final é reconhecido pela transformação ocorrida no indicador difenilamina, que se oxida até o aparecimento de coloração verde-forte.

Metodologia para determinação do carbono orgânico.

1ª Etapa: Determinação na amostra:

- Pesar 0,5 g de TFSA, transferir para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 10 mL de solução de dicromato de potássio 1N e, rapidamente, 10 mL de ácido sulfúrico P.A.;
- Deixar esfriar durante \pm 30 minutos, adicionar 3 mL de ácido fosfórico P.A., 50 mL de água destilada, 10 gotas do indicador difenilamina a 1 % e agitar com o máximo cuidado;
- Titular lentamente com solução de sulfato ferroso 1N, até obter coloração verde. Anotar o volume gasto na bureta (La).

2ª Etapa: Prova em branco:

- a) Transferir 10 mL de solução de dicromato de potássio 1N para erlenmeyer de 250 mL e, rapidamente, 10 mL de ácido sulfúrico P.A.;

- b) Deixar esfriar durante ± 30 minutos, adicionar 3 mL de ácido fosfórico P.A., 50 mL de água destilada, 10 gotas do indicador difenilamina a 1 % e agitar com o máximo cuidado;
- c) Titular lentamente com solução de sulfato ferroso 1N, até obter coloração verde. Anotar o volume gasto na bureta (Lb).

Determinação do fator de correção da concentração da solução de FeSO_4

- a) Transferir 10 mL de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ para erlenmeyer de 125 mL e titular com FeSO_4 até coloração verde. Anotar o volume (V) gasto. O fator será dado pela seguinte expressão:

$$f_{\text{FeSO}_4} = \frac{0}{V}$$

O teor de carbono orgânico será obtido pela expressão:

$$\% C = \frac{(Lb - La) \times f_{\text{FeSO}_4} \times 0,3}{0,385}$$

Para amostras com teor muito elevado de matéria orgânica, pesar uma quantidade de solo menor do que 0,5 g e utilizar a seguinte expressão para cálculo do teor de carbono orgânico:

$$\% C = \frac{(Lb - La) \times f_{\text{FeSO}_4} \times 0,3}{(\text{peso da amostra}) \times 0,77}$$

O teor de matéria orgânica do solo, em porcentagem, é encontrado utilizando a expressão abaixo:

$$(\text{Teor de MO}) \% = \% C \times 1,72$$

Obtendo o resultado em **g/kg** utilizar a mesma expressão, multiplicando o resultado por 10:

$$(\text{Teor de MO}) \text{ g/kg} = (\% \text{ C} \times 1,72) \times 10$$

Preparação de soluções para determinação do carbono orgânico (BLOISE; MOREIRA, 1976; CARDOSO, 1982; GUIMARÃES et al., 1970).

Dicromato de potássio 1 N: secar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em estufa a 120 - 130 °C, por duas horas, resfriar em dessecador, pesar 49,04 g, dissolver em água destilada e completar o volume para 1 litro.

Sulfato ferroso 1N: dissolver 280 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ em água destilada, adicionar 80 mL de H_2SO_4 P.A., resfriar e diluir para 1 litro com água destilada.

Difenilamina a 1 %: dissolver 1 g de difenilamina em 100 mL de ácido sulfúrico P.A.

OBS: O método Walkley-Black é o mais utilizado no Brasil (SEGMINI; SANTOS, 2008), e, no entanto, EMBRAPA (2009) além de sugerir o emprego deste método, sugere também a utilização do método colorimétrico para esta determinação. Interessados devem consultar esta publicação para obter detalhes.

4.6 Determinação do nitrogênio total

Esta determinação não faz parte da análise de rotina, sendo solicitada para objetivos específicos, como o conhecimento da relação C/N.

É realizada com a utilização do método micro-Kjeldhal (BREMNER, 1960; GUIMARÃES et al, 1970; EMBRAPA, 2011), onde o nitrogênio orgânico do solo, durante a digestão, é convertido em sulfato de amônio, pela oxidação da matéria orgânica com ácido sulfúrico.

A digestão se dá em presença de sais, para aumentar a temperatura de ebulição do H_2SO_4 , e de catalisadores, para acelerar a oxidação da matéria orgânica.

O sulfato de amônio produzido é destilado, em presença de hidróxido de sódio concentrado, com o subsequente desprendimento de amônia, que entra em contato com uma solução de ácido bórico, formando tetraborato de amônio, que é titulado por uma solução de H_2SO_4 0,02 N.

Metodologia para determinação do nitrogênio total:

- Pesar 0,5 g de TFSA e colocar em tubo de digestão de 100 mL;
- Acrescentar 15 mL de solução digestora e aquecer durante 3 horas, ou até a total destruição da matéria orgânica;
- Levantar 10 mL da solução digerida ao destilador micro-Kjeldhal;
- Preparar a recepção dos gases amoniacais, transferindo 25 mL de solução de ácido bórico a 4 % para um erlenmeyer de 125 mL e acrescentando 5 gotas de indicador misto;
- Imergir completamente a extremidade do destilador nesta solução;
- Adicionar à solução que vai ser destilada, 2 mL de NaOH a 30 % e iniciar a destilação;
- Destilar durante 5 minutos e esperar resfriar;
- Titular com solução padronizada de H_2SO_4 0,02 N, até mudança da coloração roxa para rósea.

O teor de N na amostra (%) é obtido com a seguinte expressão:

$$(\text{teor de N}) \% = V \times f \times 0,056$$

Onde,

V = volume gasto na titulação

f = fator de correção da concentração da solução de H_2SO_4

Para expressar o resultado em g/kg, multiplicar o resultado por 10:

$$(\text{teor de N}) \text{ g/kg} = V \times f \times 0,056 \times 10$$

Preparação de soluções para determinação do nitrogênio total

Solução digestora: pesar 180 g de Na_2SO_4 ; dissolver em, aproximadamente, um litro de água destilada, transferindo para um balão volumétrico de 2 litros; adicionar 18 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, 600 mL de H_2SO_4 P.A; deixar esfriar e completar o volume.

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

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

Ácido sulfúrico 0,02 N: transferir 0,5 mL de H_2SO_4 P.A. para um balão volumétrico de 1 litro e completar o volume com água destilada. Realizar padronização.

Ácido bórico a 4 %: pesar 40 g de ácido bórico, dissolver em água destilada e completar o volume para 1 litro.

4.7 Considerações sobre a determinação de carbono, hidrogênio, nitrogênio e enxofre por analisador elementar instrumental

Embora não seja usual em Laboratórios de Solos do Brasil e não faça parte da relação publicada pela Embrapa Solos (2011), a Análise Instrumental Elementar está sendo empregada em bastantes universidades pela praticidade e precisão do método.

De acordo com Segmini e Santos (2008) a determinação complexometria de oxi-redução (WALKLEY; BLACK, 1934) ainda é o método mais executado no Brasil. Estes autores realizaram comparação entre diversos métodos, para determinação de carbono, dentre eles, a determinação elementar e o método

complexométrico, sem, entretanto, indicar um método preferido, devendo a escolha do método se realizar por aspectos operacionais e ambientais.

Neste método instrumental, o aparelho possui forno onde ocorre combustão da amostra a 900 °C da amostra com massa conhecida. O vapor produzido é conduzido às etapas, nas quais serão analisados os componentes desejados. A água é retida em tudo contendo cloreto de cálcio e o gás carbônico é retido em tubo contendo carbonato de sódio, etapas necessárias para calcular a porcentagem de carbono e hidrogênio existente.

Para a análise de nitrogênio, os gases são conduzidos por jato de hélio através de tubo de cobre aquecido a 750 °C, reduzindo os óxidos de nitrogênio ao elemento que é separado e pesado.

Para determinar o enxofre, a amostra sofre combustão em ambiente contendo oxigênio. Isto ocorre em tubo revestido de óxido de cobre ou óxido de tungstênio. Neste ambiente é formado o dióxido de enxofre, que é recolhido por óxido de prata. Após separação é mensurado no aparelho por detector (FRACETO, 2017).

De modo geral a aparelhagem é muito prática e automatizada. É frequentemente conectada a computador que gerencia o aparelho e recebe os resultados. Com a introdução de pequena quantidade de amostra (entre 2 e 5 g) se inicia a fase em que é realizada a purga de gases atmosféricos que poderiam influenciar nos resultados, e que poderiam ter sido acrescentados durante o manuseio e transporte da amostra. A seguir a combustão ocorre em forno que pode atingir 1100° C e é dosado o oxigênio. O produto resultante da combustão é conduzido ao forno secundário (850° C) para oxidação-redução e remoção de partículas. Os gases produzidos são conduzidos para detector infravermelho H₂O. Com a remoção da umidade, os gases prosseguem para o detector de CO₂ para mensurar o carbono e finalmente para o detector de SO₂ para mensurar o enxofre. Seguidamente os gases prosseguem através de substâncias que removem o CO₂ e H₂O

permitindo a determinação do nitrogênio por condutividade. O resultado final é pode ser exibido como porcentagem de peso ou partes por milhão, de acordo com o operador do aparelho (LECO CORPORATION TRUSPEC, 2009). A aparelhagem requer treinamento e adequação aos requerimentos contidos no manual de operação de cada aparelho.

4.8 Determinação do potencial de hidrogênio – pH (GUIMARÃES et al., 1970; MENDHAN et al., 2002)

Em água:

- Colocar 10 mL de TFSA em copinho plástico numerado ou em becker de 50 mL, e adicionar 25 mL de água destilada ou deionizada, com o auxílio de uma proveta ou outro recipiente apropriado;
- Agitar com bastão de vidro, lavando-o ao passar de uma amostra para outra, e deixar em repouso por aproximadamente 30 minutos;
- Ligar o potenciômetro e, após 30 minutos, ajustar a temperatura, de acordo com a da solução-tampão que será utilizada para sua aferição;
- Aferir o potenciômetro utilizando solução-tampão pH 4 e pH 7;
- Agitar a solução com bastão de vidro, mergulhar o eletrodo, proceder à leitura e anotar o resultado.

Em KCl:

- Colocar 10 mL de TFSA em copo plástico numerado ou em becker de 50 mL de capacidade e adicionar 25 mL de KCl 1 N;
- Adotar o mesmo procedimento empregado na determinação do pH em água.

Em CaCl₂ (RAIJ, 1991; EMBRAPA, 2011)

- Adicionar 10 mL de TFSA em copo plástico numerado, ou Becker de 50 mL;

- Acrescentar 25 mL de solução de $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}$, 0,1 mol/L;
- Agitar com bastão individual e descansar a mistura por período de 15 minutos;
- Agitar novamente com bastão de vidro (ou agitador com hélice – empregando frascos com tampa neste caso) durante 5 minutos;
- Descansar a mistura durante 30 minutos, nos quais ocorrerão a decantação e o equilíbrio da mistura;
- Calibrar o potenciômetro com as soluções padrão de pH 4 e 7;
- Realizar a leitura do pH em $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}$, 0,1 mol/L mergulhando o eletrodo na suspensão sem nova agitação.

Preparação de soluções para determinação de pH

Solução-tampão pH 4,01 a 25 °C: secar hidrogenoftalato de potássio em temperatura abaixo de 130 °C, pesar 1,021 g, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 mL. Substituir a solução com 5 a 6 semanas de uso ou se observar aparecimento de fungo.

Solução-tampão pH 6,86 a 25 °C: dissolver 0,34 g de KH_2PO_4 e 0,355 g de NaHPO_4 , secos durante duas horas a 110 – 113 °C, em água destilada e completar o volume para 100 mL.

Solução de KCl 1 N: dissolver 74,56 g de KCl P. A. em água destilada e completar o volume para 1 litro.

Solução de cloreto de cálcio 0,01 mol/L: Dissolver em balão aferido de 10 L, 9,4 g de CaCl_2 P. A. com água destilada ou deionizada. Após agitação visando a dissolução do sal, completar com água destilada ou deionizada.

4.9 Determinações da condutividade elétrica (ALLISON et al., 1954; HANDBOOK..., 1980)

No sobrenadante da solução solo: água (1: 2)

- Colocar 10 mL de TFSA em becker de 50 mL;
- Adicionar 20 mL de água destilada, misturar e esperar 30 minutos, ou o tempo necessário para que os sólidos sedimentem;
- Retirar o sobrenadante com pipeta, colocar na célula condutimétrica e realizar a leitura no condutivímetro.

No extrato de saturação

- Colocar uma pequena quantidade de água destilada em bécker de 50 mL;
- Adicionar 20 mL de TFSA, colocar água destilada gradualmente, agitando com o auxílio de uma espátula¹⁸. Considerar saturada quando a pasta escorregar livremente na espátula. Escoar o excesso;
- Esperar uma hora, observando para que, nesse intervalo, a amostra não endureça acentuadamente ou perca o brilho¹⁹;
- Filtrar, adicionar o extrato à célula condutimétrica e realizar a leitura.

4.10 Determinações do fósforo disponível

Realizada pelo método espectrofotométrico (RAIJ, 1991; EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2011), essa análise utiliza solução obtida através da extração com o extrator de Mehlich, reagindo com molibdato de amônio e empregando ácido ascórbico como

¹⁸ Para solos argilosos essa agitação deve ser suave.

¹⁹ Solos orgânicos necessitarão de uma noite de espera, até se obter o ponto final de saturação da pasta.

reductor. A solução adquire cor azul, de boa estabilidade e de boa intensidade, proporcional à quantidade de fósforo na solução.

Metodologia para determinação de fósforo disponível por Espectrofotometria (CARDOSO, 1982; EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2011).

1ª Etapa: Extração

- Transferir 10 mL de TFSA para erlenmeyer de 250 mL e adicionar 100 mL de solução extratora;
- Agitar durante 30 minutos em agitador horizontal circular e deixar em repouso por uma noite em frasco tampado;

2ª Etapa: Reação e leitura

- Transferir 5 mL do líquido sobrenadante para um becker de 50mL;
- Adicionar 10 mL de solução diluída de molibdato de amônio e uma pitada de ácido ascórbico em pó;
- Agitar e aguardar o desenvolvimento da cor azul durante, aproximadamente, 45 minutos;
- Ligar o espectrofotômetro com antecedência mínima de 30 minutos (leia o manual do seu aparelho e siga as instruções de operação);
- Aferir o aparelho entre 0 e 100 de transmitância usando, respectivamente, a cubeta preta e o material obtido da prova em branco, na frequência de 660 nm, ou utilizando filtro vermelho;
- Efetuar a leitura dos padrões a 1, 2, 3 e 4 ppm de P para construção da curva padrão;
- Efetuar a leitura das amostras, tendo o cuidado de limpar as cubetas entre uma e outra amostra, lavando-as, também, com a própria solução a estudar, antes de realizar a leitura;

O teor de fósforo na solução é encontrado por interpolação da leitura obtida com a amostra na curva padrão.

OBS: Para expressar os resultados em mg/dm^3 ou utilizando mg/kg , multiplicar por um (1) os resultados obtidos em ppm.

IMPORTANTE: É possível ocorrer, em amostras ricas em fósforo, o desenvolvimento da intensidade de coloração, de forma a ultrapassar a que a que é desenvolvida pelos padrões. Quando isso ocorrer, devem-se desprezar as soluções cujas colorações já foram desenvolvidas, e novamente, deve-se tomar 5 mL do líquido sobrenadante obtidos da extração e diluí-lo. Partindo desta amostra diluída, adicionar os reagentes em 5 ml desta, para proceder a leitura. As leituras realizadas em amostras diluídas, a fim de se encaixarem na curva de calibração, devem ter seus resultados multiplicados pelo número de vezes diluídas.

3ª Etapa: Prova em branco

- a) Transferir 100 mL de solução extratora para erlenmeyer de 250 mL, agitar durante 30 minutos em agitador horizontal circular e deixar em repouso por uma noite;
- b) Transferir 5 mL da solução para um becker de 50 mL, adicionar 10 mL de solução diluída de molibdato de amônio e uma pitada de ácido ascórbico em pó;
- c) Agitar e aguardar durante, aproximadamente 45 minutos.

Preparação de soluções para determinação do fósforo disponível (BLOISE; MOREIRA, 1976)

Solução extratora – Extrator Melich (HCl 0,05 N + H_2SO_4 0,025 N): transferir 4,3 mL de HCl P. A. e 0,69 mL H_2SO_4 P. A. para um balão volumétrico de 1 litro, já contendo um pouco de água destilada, e completar o volume.

Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada): transferir 2 g de subcarbonato de bismuto e \pm 250 mL de

água destilada para um balão volumétrico de 1 litro, e juntar, rapidamente, 150 mL de H_2SO_4 P. A. Depois de frio, juntar solução contendo 20 g de molibdato de amônio dissolvidos em ± 200 mL de água destilada. Completar o volume e homogeneizar.

Solução diluída de molibdato de amônio: transferir 300 mL da solução concentrada para uma proveta graduada, e completar a 1 litro. Agitar com bastão de vidro.

Padrão de P a 25 ppm (solução-mãe): colocar pequena quantidade de KH_2PO_4 durante uma noite em estufa a 80°C . Após esfriar em dessecador, pesar 0,2195 g e diluir a dois litros com água destilada, tendo o cuidado de adicionar 3 mL de H_2SO_4 P.A. antes de completar o volume, para assegurar perfeita dissolução do fosfato.

Padrão de P a 1 ppm: transferir 10 mL da solução-mãe para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com solução extratora.

Padrão de P a 2 ppm: transferir 20 mL da solução-mãe para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com solução extratora.

Padrão de P a 3 ppm: transferir 30 mL da solução-mãe para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com solução extratora.

Padrão de P a 4 ppm: transferir 40 mL da solução-mãe para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com solução extratora.

4.11 Determinações do potássio e sódio trocáveis por fotometria de chama (GUIMARÃES et al., 1970; CARDOSO, 1982; EMBRAPA, 2009; EMBRAPA, 2011).

Metodologia para determinação do potássio trocável:

- Transferir cerca de 25 mL do líquido sobrenadante obtido na extração do P disponível para um Becker de 50 mL;

- Selecionar o monocromador adequado no aparelho, que permita apenas a passagem de radiação na frequência característica do potássio;
- Transferir cerca de 40 mL da solução extratora para um becker de 50 mL, levar ao aparelho e aferir o zero;
- Colocar os padrões a 0,1; 0,2; 0,3 e 0,4 meq/litro em Beckers de 50 mL, levar ao aparelho e anotar os valores;
- Realizar a leitura das amostras no Fotômetro de Chama.

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

$$(\text{teor de K}^+) \text{ ppm} = La \cdot f_k \cdot 390$$

Ou:

$$(\text{teor de K}^+) \text{ meq/100 mL de TFSA} = La \cdot f_k$$

Ou:

$$K \text{ (cmol}_c\text{/dm}^3\text{)} = La \cdot f_k$$

Onde:

La = leitura da amostra

f_k = fator obtido da leitura dos padrões contendo potássio

$$f_k = \frac{\left[\left(\frac{0,1}{L_p} \right) + \left(\frac{0,2}{L_p} \right) + \left(\frac{0,3}{L_p} \right) + \left(\frac{0,4}{L_p} \right) \right]}{4}$$

Em que L_p corresponde à leitura de cada padrão no aparelho.

Metodologia para determinação de sódio trocável:

- Transferir cerca de 25 mL do líquido sobrenadante obtido na extração do P disponível para um Becker de 50mL;
- Selecionar o monocromador adequado no aparelho, que permita apenas a passagem de radiação na frequência característica do sódio;
- Transferir cerca de 40 mL da solução extratora para um

Becker de 50 mL, levar ao aparelho e aferir o zero;

- Colocar os padrões a 0,1; 0,2; 0,3 e 0,4 meq/litro em Beckers de 50 mL, levar ao aparelho e anotar os valores.
- Realizar a leitura das amostras no Fotômetro de Chama.

OBS: Os cálculos devem ser realizados da mesma maneira demonstrada para o potássio, utilizando-se os valores da leitura dos padrões contendo sódio (L_p) e das amostras (L_a), como demonstrado a seguir:

$$\text{Na (meq/100 mL de TFSA)} = L_a \cdot f_{\text{Na}}$$

Ou:

$$\text{Na (cmol/dm}^3\text{)} = L_a \cdot f_{\text{Na}}$$

O f_{Na} é calculado pela fórmula:

$$f_K = \frac{\left[\left(\frac{0,1}{L_p} \right) + \left(\frac{0,2}{L_p} \right) + \left(\frac{0,3}{L_p} \right) + \left(\frac{0,4}{L_p} \right) \right]}{4}$$

Em que L_p corresponde à leitura de cada padrão no aparelho.

Preparação de Soluções para determinação do potássio e do sódio trocáveis (BLOISE; MOREIRA, 1976; GUIMARÃES et al., 1970).

Solução extratora ($\text{HCl } 0,05 \text{ N} + \text{H}_2\text{SO}_4$): diluir a um litro de água destilada 4,3 mL de HCl concentrado e H_2SO_4 concentrado.

Padrão concentrado contendo 1,0 meq de K e Na/ litro: pesar 0,0585 g de NaCl e 0,0746 g de KCl e diluir a um litro de água destilada.

Padrão diluído contendo 0,1 meq de K e Na/litro: pipetar 10 mL do padrão concentrado e transferir para balão de 100 mL. Completar com água destilada.

Padrão 0,1 meq/L de K e Na: pipetar 5 mL do padrão diluído e diluir a 500 mL.

Padrão 0,2 meq/L de K e Na: pipetar 10 mL do padrão diluído e diluir a 500 mL.

Padrão 0,3 meq/L de K e Na: pipetar 15 mL do padrão diluído e diluir a 500 mL.

Padrão 0,4 meq/L de K e Na: pipetar 20 mL do padrão diluído e diluir a 500 mL.

4.12 Determinações no complexo de laterização (KEHRIG; AGUIAR, 1949; GUIMARÃES et al., 1970; EMBRAPA 2009; EMBRAPA, 2011.

Esta determinação, como explicado anteriormente, não é realizada no produto da **extração** realizada no solo e sim na solução que é produto da **digestão** do solo. É empregada em Pedologia como parâmetro auxiliar para a classificação de solos.

Ataque Sulfúrico (Digestão):

- a) Pesar 1 g de TFSA e colocar em erlenmeyer de 500 mL ou recipiente de teflon;
- b) Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico diluído 1:1 e ferver durante meia hora, utilizando condensador de refluxo para evitar evaporação;
- c) Deixar esfriar, adicionar 50 mL de água destilada e filtrar para balão aferido de 250 mL, lavando o resíduo com água destilada até completar o volume;
- d) Empregar o material filtrado para as determinações do ferro e do alumínio, e o resíduo que fica retido no papel de filtro, para a determinação da sílica.

OBS: O ataque sulfúrico também pode ser realizado empregando a digestão por micro-ondas. Possui a vantagem de possuir praticidade e por permitir utilizar quantidades menores de ácidos

em alguns casos. Esta aparelhagem possui frascos em teflon que são hermeticamente fechados e submetidos à radiação micro-ondas onde se dará a digestão da amostra. O efeito combinado de calor, ácidos e pressão produz resultados mais rápidos de digestão. Isto se dá em virtude de o ponto de ebulição aumentar com o aumento de pressão. Existem frascos para cada quantidade a ser empregada (NOGUEIRA, 2003; NOGUEIRA et al., 2004; VIEIRA et al., 2005), podendo serem utilizados com as mesmas quantidades descritas anteriormente. Freitas et al. (2015) compararam a digestão por micro-ondas com o preparo com ultrassom, encontrando boas respostas em ambos os métodos de preparo, com vantagem para o ultrassom em virtude da praticidade do método, sendo, entretanto, ambos os métodos práticos e rápidos.

Determinação do Al_2O_3

- Transferir 50 mL do material filtrado após o ataque sulfúrico, para balão volumétrico de 100 mL de capacidade;
- Acrescentar uma gota de Fenolftaleína e neutralizar com solução de NaOH a 40 % até o aparecimento de coloração rósea. Juntar 3 mL de excesso da solução de NaOH após a viragem;
- Colocar o balão em banho-maria e deixar em aquecimento durante meia hora;
- Resfriar e completar o volume com água destilada agitando até obter completa homogeneização da solução;
- Realizar filtração com papel de filtro e pipetar 25 mL do filtrado transferindo para erlenmeyer de 250 mL;
- Neutralizar vagarosamente a soda em excesso com HCl 1:1 e redissolver o precipitado $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ que se forma, tomando o cuidado de não juntar excesso superior a duas gotas de ácido;

- Em solos com até 20 % de Al_2O_3 adicionar 10 mL de solução de Na_2EDTA 0,05 N e adicionar 15 mL para solos com teor elevado (V_1);
- Adicionar 2 mL da solução indicadora de Ditizona;
- Titular com solução de ZnSO_4 0,05 M até o ponto final da titulação, caracterizado pela mudança de coloração verde-violeta para vermelho-brilhante. Anotar o volume gasto (V_2);
- O teor de Al_2O_3 na amostra será dado pela seguinte expressão:

$$\% \text{ de } \text{Al}_2\text{O}_3 = 2,55 (V_1 - V_2)$$

Preparação de soluções para determinação do Al_2O_3

Na_2EDTA 0,05 M: secar o sal em estufa a 105 °C durante duas horas e resfriar em dessecador. Pesar 18,610 g e dissolver em cerca de 500 mL de água destilada. Completar o volume para 1 litro.

Sulfato de Zinco 0,05 M: pesar 14,378 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, P.A. e dissolver em cerca de 500 mL de água destilada. Completar o volume a 1 litro.

Ditizona 0,025 %: pesar 25 mg do indicador e dissolver em 100 mL de álcool etílico absoluto. A solução deve ser guardada em frasco de polietileno e mantida em geladeira.

Ácido clorídrico 1:1: misturar 500 mL de HCl concentrado com 500 mL de água destilada.

Hidróxido de sódio 40 %: pesar, aproximadamente, 400 g de NaOH em lentilhas e dissolver em água destilada. Completar a 1 litro em balão aferido.

Ácido sulfúrico 1:1: medir 500 mL de H_2SO_4 concentrado, $d=1,84$,

e colocar, vagorosamente, em bécker de 2 litros contendo 500 mL de água destilada, deixar esfriar e acondicionar.

Determinação do Fe_2O_3 :

- Transferir 50 mL do material filtrado, proveniente do ataque sulfúrico, para erlenmeyer de 250 mL de capacidade;
- Juntar 20 mL de ácido clorídrico 1:1 e 1 mL de solução saturada de clorato de potássio;
- Aquecer até a ebulição em chapa aquecedora. Depois de aquecido, retirar da chapa e adicionar gota a gota solução de cloreto estanhoso até descoramento da solução. Em alguns casos a solução não se descora completamente, por isso deve-se observar com cuidado para não adicionar excesso superior a duas gotas;
- Juntar 100 mL de água destilada e em seguida 10 mL de solução saturada de cloreto de mercúrio;
- Agitar e tampar o frasco com rolha de borracha e deixar resfriar até temperatura ambiente. Para acelerar o resfriamento, pode-se banhar o frasco com água gelada;
- Adicionar 15 mL de solução fosfossulfúrica, 3 gotas de Difenilamina a 1 % e titular imediatamente com solução 0,1 N de dicromato de potássio até o ponto final visualizado pela mudança de coloração para violeta. Anotar o volume gasto (V_1).
- O teor de Fe_2O_3 é dado pela expressão abaixo:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 1,996 \times V_1$$

Preparação de soluções para determinação do Fe_2O_3 .

Dicromato de potássio 0,1 N: secar em estufa o sal P.A. à temperatura de 130 °C, durante duas horas. Realizar secagem em dessecador por período de uma hora. Após secagem, pesar

5,807 g do sal seco e dissolver em água destilada completando o volume para dois litros.

Difenilamina 1 %: pesar 1 g do sal e dissolver em 100 mL de H_2SO_4 concentrado.

Solução fosfosulfúrica: adicionar 150 mL de H_2SO_4 concentrado e 150 mL de H_3PO_4 concentrado a 600 mL de água destilada. Esfriar a solução até temperatura ambiente e completar o volume a um litro.

Solução de cloreto estanhoso: pesar 130 g do sal $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e dissolver 130 mL de HCl concentrado e completar o volume a 1 litro. Introduzir na solução fragmentos de estanho metálico, com a finalidade de manter um meio redutor no interior da solução, evitando oxidação do Sn^{++} .

Solução saturada de cloreto de mercúrio: colocar 50 g do sal dentro de um frasco contendo um litro de água destilada. Agitar por diversas vezes e deixar em repouso durante duas horas para que possa ser utilizada.

Solução saturada de clorato de potássio: colocar 40 g do sal dentro de recipiente contendo 1 litro de água destilada. Agitar por diversas vezes e deixar em repouso por duas horas para que possa ser utilizada.

Ácido clorídrico 1:1: adicionar em 500 ml de água destilada, 500 mL de HCl concentrado. Deixar esfriar, transferir para recipiente apropriado e rotular.

Determinação do SiO_2 :

- Utilizar o resíduo retido durante a filtração, após o ataque sulfúrico, retirando-o do papel de filtro com auxílio de uma piceta contendo Na_2CO_3 5 %, para erlenmeyer de 600 mL de capacidade;
- Ferver a suspensão durante 30 minutos;
- Deixar esfriar e juntar 1 mL de NaOH a 30 % e transferir para balão aferido de 200 mL utilizando a piceta contendo

- Na_2CO_3 5 %, e aferir com água destilada com o auxílio de uma piceta, homogeneizar e filtrar;
- Pipetar com precisão 0,1 mL do filtrado e transferir para copo plástico de ± 150 mL de capacidade;
 - Adicionar 60 mL de água destilada e 2,5 mL de molibdato de amônio a 9 % e aguardar 10 minutos;
 - Transcorrido o tempo, adicionar 2,5 mL de solução de ácido tartárico. Ter o cuidado de agitar o copo logo após a adição de cada reagente a fim de acelerar o desenvolvimento das reações
 - Aguardar 5 minutos;
 - Acrescentar 30 mg de ácido ascórbico em pó, agitar e transferir a solução para balão de 100 mL e aferir com água destilada. Esperar o desenvolvimento da cor por uma hora;
 - Levantar as amostras para o espectrofotômetro, juntamente com os padrões (previamente reagidos como as amostras) e proceder leitura empregando 700 nm de frequência;
 - Fazer os ajustes da prova em branco no espectrofotômetro, empregando 100 % de transmitância, em analito que não continha material retido na filtragem, mas passou pelo processo de preparação da forma descrita a seguir;
 - O teor de SiO_2 no solo é encontrado por interpolação na curva construída com os padrões;

Prova em branco: Em balão de 100 mL, adicionar 60 mL de água destilada, 2,5 mL de molibdato de amônio a 9 % e esperar 10 minutos. Após este tempo, adicionar 2,5 mL de ácido tartárico e esperar 5 minutos, juntar ao balão 30 mg de ácido ascórbico em pó, agitar e deixar uma hora em repouso a fim de que desenvolva a coloração. Na prática, realizar esta atividade paralelamente ao desenvolvimento da análise nas amostras.

Preparação de soluções para determinação do SiO_2

Na_2CO_3 5%: pesar 100 g de Na_2CO_3 e dissolver em balão de dois litros com água destilada.

Molibdato de amônio 9%: pesar 10 g de molibdato de

amônio. Preparar em bécker de 800 mL uma solução com 500 mL de água destilada e 62 mL de H_2SO_4 , agitando com bastão de vidro, seguidamente, juntando ao mesmo as 10 g de molibdato de amônio e agitar. Transferir para balão de 1 litro e aferir com água destilada após esfriar.

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

Solução de ácido tartárico: pesar 280 g de ácido tartárico e dissolver em cerca de 800 mL de água destilada. Transferir para balão de um litro e completar o volume.

5

ANÁLISES FÍSICAS

Introdução. Análise Granulométrica. Argila Dispersa em água/argila natural. Considerações sobre a determinação granulométrica por difração a laser. Grau de Floculação e Grau de Dispersão. Densidade Aparente ou Global. Densidade Real ou da Partícula. Umidade atual. Porosidade Total e Espaço Aéreo.

5.1 Introdução

As análises físicas são, de modo geral, solicitadas em menor intensidade que as análises químicas no Laboratório de Análise de Solos. A rotina, portanto, se configura com a realização das análises químicas. No entanto, as análises físicas e a descrição de caracteres morfológicos do solo possuem elevada importância para a avaliação do solo e definição do manejo a ser adotado, sendo, desse modo, bastante recomendável conhecê-los para avaliar e entender o complexo de fatores que cercam o vegetal no interior do solo.

As determinações físicas não visam identificar ou quantificar elementos químicos. As mais comuns se referem a determinações de umidade, tamanho de partículas, densidade e porosidade do solo, dentre outras. Empregam metodologia diversa de acordo com a análise realizada.

A Análise Granulométrica apresenta importância na avaliação do solo e visa obter a proporção existente de areia, silte e argila (maiores detalhes no capítulo "Interpretação da Análise"). Para realizá-la se deseja quantificar estas partículas em sua amostra, sendo todas menores de 2,00 mm.

Entre os diversos métodos existentes, dois se destacam:

- a) A análise granulométrica por peneiramento e sedimentação: Se baseia na separação das frações mais grosseiras do solo empregando peneiras finas, e a avaliação do material muito fino (coloidal) empregando a Lei de

Stokes (que determina a velocidade de sedimentação de uma esfera em meio viscoso). De acordo com a Lei, em uma mistura da amostra com um líquido formando uma suspensão, em determinado momento, somente as partículas de determinado tamanho estarão na suspensão, podendo ser retiradas da solução e avaliada a sua quantidade. Este método possui a vantagem de ser barato e preciso, entretanto, apresenta a desvantagem de ser lento e sujeito a imprecisões de operação.

- b) Determinação do tamanho de partículas utilizando difração a laser: Empregando técnicas de difração laser (que é uma reflexão conjunta de materiais com superfície semelhante) e detectores espalhados em uma câmara de difração, a aparelhagem identifica a quantidade de material refratado para cada ângulo, calculando a quantidade de partículas de tamanhos diferentes. Apresenta a vantagem de realizar análises com precisão e rapidez, e a desvantagem do custo de aquisição do equipamento.

Dentre as partículas que compõem a fração ativa do solo, pode ocorrer a agregação de partículas ou material geológico que compõe o solo. A formação destes agregados apresenta grande importância para o solo. A argila dispersa em água é a argila que pode entrar em suspensão na água.

Ao se proceder a sua dispersão obtemos o teor de argila total do solo. O grau de floculação do solo é obtido quando é realizada a comparação com a determinação granulométrica sem a dispersão da argila. Para realizar a dispersão são empregados dois métodos principais:

- a) Dispersão mecânica: realizada com auxílio de agitador mecânico inserido na solução adicionada ou não de agente dispersante, sendo usualmente empregado o hidróxido de sódio. Com equipamento de preço acessível e reagente de baixo custo esta etapa da determinação apresenta a desvantagem de consumir tempo durante o processo.

b) Emprego de energia ultrassônica: possui a grande vantagem de realizar a dispersão total do solo sem o emprego de dispersantes químicos. De acordo com Sá e Lima (2005) existem dois tipos de sonificadores: Tipo banho e Tipo haste. A cada tipo de aparelhagem deverá ser adaptada a atividade de determinação. Alguns aparelhos de determinação granulométrica por difração à laser já incluem a opção de realizar a determinação com sonificação²⁰. A aparelhagem também é de baixo custo, embora um pouco mais elevado que os dispersores mecânicos.

Existe o emprego, de modo menos usual, de agitadores de agitação lenta, tipo Wagner. De acordo com Freitas (2011) as dispersões por agitação lenta e por ultrassom levam a maiores valores da argila dispersa em água (quando comparado à dispersão rápida sem o emprego de dispersantes químicos).

5.2 Análises granulométrica

A análise granulométrica identifica os teores de areia, silte e argila na amostra. A proporção destes componentes afeta a porosidade, retenção de água e nutrientes, além de outras características ao solo. Diversos métodos podem ser empregados para realizar sua determinação, sendo amplamente utilizado o método internacional modificado da pipeta, pela sua precisão e baixo custo laboratorial.

Método da pipeta (MARTINS, 1985; EMBRAPA, 2011):

- Pesar 20 g de TFSA e colocar em Becker de 250 mL;
- Adicionar 10 mL de NaOH 1 N e 100 mL de água destilada, agitando com bastão de vidro;
- Cobrir o recipiente com vidro de relógio e manter em repouso por 12 a 15 horas;

²⁰ O termo sonificação não é encontrado em dicionários da Língua Portuguesa. Aqui é empregado em concordância com o exposto por Sá e Lima (2005), em razão da ampla utilização do termo em trabalhos desta área de conhecimento. Refere-se à aplicação de energia ultrassônica à suspensão de solo e água.

- Transferir para o copo do agitador todo o conteúdo do Becker, lavando-o com água destilada e aproveitando o líquido da lavagem, recolhendo-o, também, no copo do agitador. Realizar lavagem até não restar resíduo no Becker, sem, entretanto, utilizar mais de 400 mL de água destilada na operação;
- Acondicionar o copo no agitador tipo coqueteleira e proceder a agitação durante dez minutos (12.000 rpm, aproximadamente);
- Esta dispersão também pode ser realizada empregando a dispersão por ultrassom. Neste caso transferir o líquido para Becker a ser mantido por agitação magnética sobre aparelhagem do ultrassom. A aplicação de 110 J.mL^{-1} de energia é padrão para dispersar argila nesta análise, entretanto para se obter o máximo de dispersão se pode empregar 220 J.mL^{-1} (SÁ; LIMA, 2005; VITORINO et al., 2001). As instruções de sua aparelhagem serão úteis para calcular o tempo necessário para atingir a energia necessária, assim como da necessidade de se utilizar banho de gelo no Becker;
- Transferir o material dispersado para um cilindro de 1 000 mL, através de peneira de 0,053 mm de abertura de malha (n° 270 com 20 cm de diâmetro), utilizando água destilada para lavar o recipiente do agitador, conduzindo o fluxo através da peneira, lavando logo a seguir o que ficou retido na peneira até completar o volume do cilindro, reservar a peneira com o material retido, a fim de realizar os três passos descritos abaixo;
- Utilizando piceta, transferir o material retido na peneira para Becker de 100 mL e colocar em estufa a 105 - 110 °C;
- Transpassar o material contido no Becker, após seco, em peneira de 0,210 mm de abertura de malha;
- Realizar a pesagem do material correspondente à areia fina (que transpassou a peneira) e à areia grossa que deverá ficar retida na malha da peneira;

- Prosseguindo, deve-se agitar o conteúdo do cilindro por um minuto e cronometrar o início da sedimentação;
- Decorrido três horas, introduzir pipeta até a profundidade de 5 cm e coletar 10 mL da suspensão;
- Acondicionar o conteúdo da pipeta em Becker de 50 ml previamente pesado, com identificação da amostra (numerado). Levar à estufa a 105 – 220 °C;
- Após secagem, resfriar em dessecador, pesar e anotar o peso correspondente à fração argila.
- Proceder ao cálculo das porcentagens:

$$\% \text{ de argila} = 500 \times (\text{peso da argila} - 0,004) \times f$$

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

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

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

f = fator de correção utilizado para converter os resultados obtidos em TFSA para Terra Fina Seca em Estufa (TFSE). Obtêm-se se utilizando a expressão abaixo:

$$f = \frac{\text{peso da TFSA}}{\text{peso da TFSE}}$$

Peso da TFSE = pesar 20 g de TFSA e transferir para Becker de 20 mL, previamente tarado. Colocar em estufa e secar a 105–110 °C durante 24 horas. Resfriar em dessecador durante uma hora e determinar o peso da TFSE.

5.3 Argila dispersa em água /argila natural (GUIMARÃES et al., 1970; EMBRAPA SOLOS, 2011)

Nesta determinação será realizada a determinação da argila sem empregar agente dispersante, mantendo condições naturais de floculação:

- Acondicione 20 g de TFSA em Becker de 250 ml e acrescentando 100 mL de água destilada e mantendo em repouso durante uma noite, cobrindo com vidro de relógio;
- Transferir o conteúdo para o recipiente do agitador tipo coqueteleira ou conduzir o Becker para aparelhagem de ultrassom, e proceder à agitação da forma anteriormente descrita;
- Passar o material através de peneira de 0,053 mm de abertura de malha, acondicionada sobre cilindro de 1 litro de capacidade, lavando o recipiente do agitador e aproveitando a água de lavagem;
- Lavar as areias completando o volume a 1000 mL, utilizando sempre água destilada, e proceder a agitação do conteúdo do cilindro por um minuto e cronometrar o início da sedimentação;
- Decorridos três horas, introduzir a pipeta a 5 cm de profundidade e pipetar 10 mL de suspensão, transferindo para Becker de 20 mL, previamente identificado e tarado;
- Colocar em estufa a 105–110 °C e, após secagem, resfriar em dessecador, pesar e anotar o peso correspondente à argila natural;
- Calcular a argila natural utilizando a expressão abaixo:

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

5.4 Considerações sobre a determinação granulométrica por difração a laser (FRANÇA; COUTO, 2007; FALHEIRO et al., 2011; RIBEIRO, 2014).

A granulometria a Laser, também conhecida como espalhamento de luz Laser, emprega princípios da difração, que é uma reflexão coordenada em conjunto em superfície que possui materiais que apresentem ângulo comum de reflexão, a qual pode ser captada por detectores especiais. O método também recebe a denominação de Difração Fraunhofer e emprega a aplicação de luz colimada (em feixe) em meio fluido (podendo ser empregado outros meios), que possui a vantagem de desagregar as partículas com maior facilidade. Alguns aparelhos possuem emissão ultrassônica e permitem a adição de soluções dispersantes. Dessa forma é possível analisar solos com a agregação e sem a agregação, avaliando a argila natural e a argila total. As instruções variam em razão da diversidade de aparelhagem existente. Normalmente segue a sequência:

- Preparação da amostra: Agitar TFSA na quantidade indicada pelo fabricante com água. Obedecer às quantidades indicadas pelo fabricante para utilizar no aparelho;
- Adição de dispersante: Diversos dispersantes são recomendados para diversos objetivos. A NBR 7181 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1984) adotada para Engenharia civil utiliza Hexametáfosfato de sódio, sendo utilizado em muitos laboratórios agrônômicos de solos o Hidróxido de sódio. Neste caso, a NBR 7181 se refere apenas ao método tradicional de peneira e sedimentação. No entanto, Ribeiro (2014) utiliza com sucesso em solos tropicais o Hexametáfosfato de sódio. A regra geral é que não promovam alteração do tamanho das partículas por inchamento. A dispersão química também poderá ocorrer conjunta com a aplicação de ultrassom de forma isolada. Falheiro et al. (2011) testaram métodos de preparação de amostras para esta análise concluindo

que a melhor maneira de preparar a amostra foi sem o emprego de defloculante, empregando apenas a energia ultrassônica. Por outro lado, Wagner e Aranha (2007) ao avaliarem a determinação de bentonita encontraram melhores resultados no emprego de Hexametáfosfato e ultrassom conjuntamente. No entanto se trata de caso específico para argila do grupo da esmectita, formada basicamente por montmorilonita;

- Seguir as instruções da aparelhagem.

5.5 Graus de floculação e grau de dispersão (BRADY, 1989; MARTINS, 1985; EMBRAPA SOLOS, 2011)

$$\text{Grau de Floculação} = \frac{\text{Argila Total} - \text{Argila Natural}}{\text{Argila Total}} \times 100$$

$$\text{Grau de Dispersão} = 100 - \text{Grau de Floculação}$$

5.6 Densidades aparente ou global (MARTINS, 1985; EMBRAPA SOLOS, 2011)

- Deve-se empregar amostra indeformada contida em cilindro volumétrico (de volume conhecido), obtida através de extrator apropriado para esta finalidade;
- Transferir o material do cilindro para recipiente metálico que contenha o número de protocolo correspondente à amostra e que tenha sido previamente pesado;
- Realizar pesagem do conjunto solo + recipiente e anotar o peso;
- Colocar em estufa a 105 °C, e depois de decorrido 24 h retirar e esfriar em dessecador pelo período de uma hora;

- Retirar do dessecador, pesar e anotar o volume;
- Realizar o cálculo da densidade global da amostra pela seguinte expressão:

$$D_{\text{GLOBAL}} \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{Peso da amostra seca a } 105 \text{ }^\circ\text{C}}{\text{Volume do solo contido no anel}}$$

5.7 Densidades real ou da partícula (BRADY, 1989; MARTINS, 1985; EMBRAPA SOLOS, 2011)

Utilizar-se-á o método do balão volumétrico seguindo a sequência:

- Pesar 20 g de TFSA, acondicionando em recipiente metálico ou Becker de peso conhecido;
- Colocar em estufa a 105 °C no período de 6 a 12 h, resfriando em dessecador durante uma hora e realizando pesagem após frio;
- Transferir a amostra de solo para balão aferido de 50 mL, empregando para isto um funil e um pincel;
- Acondicionar em bureta de 50 mL, álcool etílico com auxílio de um Becker;
- Transferir, cuidadosamente, o conteúdo da bureta para o balão até cobrir a amostra;
- Agitar o balão provocando o desprendimento do ar da amostra;
- Completar o volume até a marca de aferição em 50 mL e anotar o volume de álcool utilizado;
- A densidade da partícula (ou real) é dada pela expressão:

$$D_{\text{REAL}} \text{ (g/cm)} = \frac{\text{Peso da amostra seca a } 105 \text{ }^\circ\text{C}}{50 - (\text{volume gasto de álcool})}$$

5.8 Umidades atual (MARTINS, 1985; EMBRAPA SOLOS, 2011)

- Acondicionar em lata de alumínio (numerada e previamente pesada), a amostra coletada com ou sem estrutura deformada, pesar e colocar em estufa a 105–110 °C durante 24 horas;
- Após o período de secagem, resfriar em dessecador e pesar;
- Repetir a operação até obtenção de peso constante;
- Utilizar uma das expressões abaixo para calcular a porcentagem de umidade:

$$\% \text{ de umidade} = \frac{\text{Peso da amostra úmida}}{\text{Peso da amostra seca}} \times 100$$

$$\% \text{ de umidade} = \frac{\text{Peso da amostra úmida}}{\text{Volume da amostra}} \times 100$$

5.9 Porosidades total e espaço aéreo (MARTINS, 1985; EMBRAPA SOLOS, 2011).

$$\text{Porosidade Total} = \frac{\text{Densidade da Partícula} - \text{Densidade Global}}{\text{Densidade da Partícula}} \times 100$$

Porosidade Total = % de Microporosidade + % de Macroporosidade

Espaço Aéreo = Porosidade Total - Umidade Atual (em % de volume).

6

INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE

Introdução. O Produto das análises. Entendendo as unidades. Interpretando a atividade da fração argila. Avaliando os valores numéricos de uma análise. Interpretando a CTC, V e m. Interpretando a acidez no solo. Interpretando resultados de matéria orgânica e nitrogênio. Interpretando os resultados de micronutrientes. Interpretando os resultados dos óxidos de ferro, silício e alumínio. Interpretando resultados da análise física do solo. Interpretando a salinidade do solo

6.1 Introdução

Depois de realizadas as determinações, os resultados são fornecidos ao usuário.

Estes resultados deverão fornecer informações úteis à este usuário para que o mesmo obtenha proveito de sua análise. Desta forma, o resultado das análises somente possuirá valor, caso sejam apropriadas as informações que nele estão contidas.

No entanto, para obter este intento, é necessário conhecer determinados conceitos e mecanismos relacionados ao solo. Por esta razão, a interpretação desta análise deverá ser realizada por técnicos especializados. Engenheiros agrônomos, Engenheiros Florestais e Engenheiros Ambientais estão entre os profissionais que se habilitam a realizar esta interpretação.

Não é intenção desta publicação abordar o conhecimento necessário para a realização desta interpretação, mas, mesmo profissionais habilitados necessitam de auxílio para a interpretação. Deverão ser utilizados sempre, critérios unificados, que são estabelecidos pela pesquisa, informando se um resultado é adequado ou não.

Estes critérios estão presentes em tabelas, que veremos a seguir, as quais informam se um determinado valor numérico é alto, médio ou baixo, ou apenas informam se determinado resultado é adequado ou não. As tabelas, em parte dos casos,

são construídas regionalmente, e devem ser adotadas, quando existirem, para realizar a interpretação dos resultados obtidos.

6.2 O Produto das análises

Os laboratórios possuem diversos produtos e cabe ao solicitante conhecer estes produtos, que são relacionados às diversas determinações existentes, para poder efetuar as solicitações que atendam sua necessidade. Estes produtos, em geral, variam de acordo com o instrumental e a capacidade de processamento do laboratório.

O produto mais comum é a Análise de Fertilidade, que fornece subsídios suficientes à avaliação da fertilidade, assim como para a recomendação de adubação e calagem. É determinação de rotina para a maioria dos laboratórios e apresenta baixo custo ao usuário. Geralmente são fornecidos os resultados de Ca + Mg, K, Al, P e o pH (H₂O ou ClCa₂).

No entanto existem determinações mais completas, como as que são empregadas em levantamentos de solo e também em análises físicas. Normalmente a Análise Granulométrica pode ser adquirida separadamente quando solicitada ou incluída na análise completa. O laboratório, também poderá fornecer o valor da argila natural e do grau de flocculação, caso requisitado.

Os resultados devem utilizar unidades em conformidade às determinações da SBCS, utilizando o Sistema Internacional - SI para expressar os valores encontrados.

6.3 Entendendo as unidades

Em 1975, a Sociedade Brasileira de Ciência do Solo – SNCS passa a recomendar o emprego de unidades do sistema internacional (SI), visando à uniformização da linguagem concernente a análise química e de fertilidade (CANTARELLA; MONIZ, 1995). Embora não se apercebam, as pessoas utilizavam, e ainda utilizam unidades de outros sistemas de medidas. A uniformização internacional em um único sistema é bem-vinda

para facilitar a interpretação de grandezas em qualquer lugar do planeta. Exemplificando: quando alguém escreve que um objeto mede um metro, facilmente mensuramos esta grandeza em nossa mente.

Como mencionado anteriormente (Capítulo 3), o m^3 é a unidade de medida de volume do Sistema Internacional (SI). No entanto, o litro, por ser amplamente empregado em análises químicas, é tolerado pelo CIPM (Comité International des Poids et Mesures). Entretanto, pela semelhança existente entre a letra **l** e o número **1**, o CIPM sugere empregar a letra **L** maiúscula, razão pela qual, esta publicação emprega o **L** ou o **mL**.

Os teores deverão representar a quantidade de matéria (mol) ou de massa (g) por decímetro cúbico (dm^3) ou por quilo (kg) para representar sólidos, ou o litro (L) para representar líquidos. A quantidade de matéria, em alguns dos casos, por se apresentarem em pequenos teores, poderão empregar o milimol (mmol) ou miligrama (mg).

As unidades do Sistema Internacional são escritas em letras minúsculas, exceto quando são derivadas de nomes próprios de pessoas homenageadas pelo uso da unidade, como Kelvin, Siemens e o Ampère.

Podemos citar como exemplos:

- metro (comprimento): m;
- quilograma (massa): kg (tonelada é empregada para quantidades elevadas de massa: t, equivale a 1000 kg);
- segundo (tempo): s;
- ampère (corrente elétrica): A;
- mol (quantidade de matéria): mol.

E existem também as unidades derivadas que serão empregadas em análises de solo:

- metro quadrado (área): m^2 (o ha não pertence ao SI, mas é aceito para expressar áreas extensas. $1 \text{ ha} = 10.000 \text{ m}^2$)
- decímetro cúbico no caso de sólidos (volume) e o Litro (volume) no caso de líquidos: dm^3 e L.
- mol por decímetro cúbico (concentração por quantidade de matéria): mol/dm^3

O mol representa a quantidade de matéria (matéria que contém tantas unidades elementares quantos forem os átomos contidos em $0,012 \text{ kg}$ de C_{12}). Para as análises possui entendimento semelhante ao **meq/100 ml de TFSA**, que era anteriormente empregado, e que pertence a outro sistema de medida. O entendimento de sua aplicação ocorria em virtude do fenômeno da troca dos elementos adsorvidos ao solo. Como os elementos adsorvidos ao solo são trocáveis, suas trocas ocorrem com elementos diferentes, mas em quantidades equivalentes. Como existem pequenas quantidades dos elementos disponíveis no solo, era comum empregar o miliequivalente (meq) (equivalente/1000) de determinado elemento para expressar seu teor.

Hoje o mol está presente na unidade sendo recomendado utilizar o $mmol_c$.

O $mmol_c$ ou o $cmol_c$ (bastante utilizado pela facilidade transformação) também possui o entendimento relacionado às trocas que ocorrem no solo. Calculamos o $cmol_c$ através do conhecimento de seu peso atômico e de sua valência. Empregando a fórmula: (BRAGA, 2013).

$$cmol_c \text{ g/dm}^3 = \frac{(\text{peso atômico/valencia})}{100}$$

Para o hidrogênio, por exemplo:

- $cmol/dm^3 \text{ H}^+ = (1,008/1) / 100 = 0,01008 \text{ g}$

Como estamos trabalhando com valores pequenos, vamos

transformar o resultado obtido em grama (g), para miligrama (mg).

Como existem 1000 mg em (1) grama, para 0,01008 g H⁺, teremos então 10 mg.

Vejamos então para algumas bases trocáveis e o alumínio:

- $\text{cmol}_c/\text{dm}^3 \text{ Ca}^{2+} = (40,08/2)/100 = 0,2004 \text{ g de Ca}$
ou, 200 mg de Ca.
- $\text{Cmol}_c/\text{dm}^3 \text{ Mg}^{2+} = (24,31/2)/100 = 0,12156 \text{ g de Mg}$
ou, 121,56 mg de Mg
- $\text{cmol}_c/\text{dm}^3 \text{ K} = (39,102/1) /100 = 0,39102 \text{ g}$
ou, 391,02 mg de K.
- $\text{cmol}_c/\text{dm}^3 \text{ Al}^{3+} = (26,981/3)/100 = 0,08994 \text{ g}$
ou, 89,94 de Al.

De posse dos valores obtidos em $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$, se demonstra que 10 mg de H⁺ deslocam 200 mg de Ca²⁺, que podem deslocar 121,56 mg de Mg²⁺ e assim sucessivamente.

O cmol/dm^3 tem sido bastante empregado em substituição ao meq/100 TFSA de algum elemento, pelo motivo de não necessitar de cálculos para sua conversão, bastando substituir a unidade. Entretanto $\text{milimol}_c/\text{dm}^3$ (ou $\text{mmol}_c/\text{dm}^3$) é também recomendado e seu uso é bastante empregado. Para o cálculo do mmol_c , utilizar a fórmula a seguir:

$$\text{mmol}_c = (\text{peso atômico/valência}) / 1000.$$

No caso de realizar transformação de resultados obtidos em meq/100 ml de TFSA para $\text{milimol}_c/\text{dm}^3$, multiplicar o valor em miliequivalentes por 10 (Tabela 1).

Quanto aos resultados que empregavam porcentagens (%) e partes por milhão (ppm), foram substituídas por apresentarem imprecisão em alguns casos, sendo substituídos por unidades que não deixariam dúvidas e expressariam melhor a concentração. O g/dm^3 expressa a ideia da quantidade (g) do elemento em volume (dm^3), sendo também aceito empregar o g/kg e o g/L substituindo

a porcentagem como unidade de concentração. A sua derivação dividida por 1000 (mg/dm^3 , mg/kg e mg/L), deve ser utilizada para substituir o emprego do ppm.

Assim sendo, resultados que empregavam a porcentagem como o carbono e o nitrogênio, passaram a utilizar o g/dm^3 , e os que utilizavam o ppm (P e K) passaram a empregar o mg/dm^3 . No entanto, os resultados de porcentagem de saturação de bases (V) e porcentagem de saturação de alumínio (m) devem continuar a empregar a porcentagem.

Em relação à Condutividade Elétrica - CE, e como explicado anteriormente (Capítulo 4), os valores da CE passam a ser representados por dS/m em substituição a milimho/cm sem necessidade de transformar os valores numéricos que permanecem o mesmo (fator de conversão = 1).

Os resultados de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , acidez potencial (H^+ + Al^{3+}) e da Capacidade de Troca de Cátions (T) serão representados por $\text{mmol}_c/\text{dm}^3$.

Como mencionado anteriormente, alguns laboratórios adotaram o emprego do $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$ pelo aspecto prático que existe para transformar e interpretar os resultados obtidos em $\text{meq}/100 \text{ ml}$. Como os valores não se alteram, assim é facilitado à interpretação para quem acostumou com a interpretação dos valores anteriores, que não serão alterados.

O K^+ , que às vezes é apresentado empregando mg/dm^3 , pode ser transformado para cmol/dm^3 para permitir realizar os cálculos da Soma de bases, CTC, Porcentagem de Saturação de Bases e Porcentagem de Saturação de alumínio.

Vejamos: O ppm na nova representação é mg/kg , ou seja, $\text{mg}/1000\text{g}$. Por exemplo, para transformar 96 ppm de K^+ do solo, teremos, utilizando a nova unidade, 96 $\text{mg}/1000\text{g}$ de K^+ no solo. Ao dividir por 10 teremos: 9,6 $\text{mg}/100\text{g}$ de K^+ . Prosseguindo, observamos que $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$ é igual à $\text{meq}/100\text{g}$, que por sua vez corresponde à $(\text{mg}/100\text{g})/\text{Eq}$. Empregando o Eq do K (39) teremos:

$$\text{meq}/100\text{g} = 9,6/39 = 0,25 \text{ cmol}/\text{dm}^3$$

As unidades anteriormente empregadas e as novas unidades, assim como os fatores empregados para a sua conversão, estão na Tabela 1, a seguir.

Tabela 1 - Conversão de unidades empregadas em análise de solo.

Parâmetro analisado	Unidade antiga	Fator de conversão	Nova Unidade
Saturação de bases	%	-	%
Saturação de alumínio	%	-	%
Matéria orgânica	%	10	g/dm ³ ou g/kg
Cálcio	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Magnésio	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Potássio	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Sódio	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Hidrogênio (Acidez não trocável)	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Alumínio	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Soma das Bases (SB)	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
CTC	meq/100g; meq/100ml; meq/100cm ³	10	mmol/dm ³
Fósforo	ppm	1	mg/dm ³
Enxofre	ppm	1	mg/dm ³
Boro	ppm	1	mg/dm ³
Cobre	ppm	1	mg/dm ³
Ferro	ppm	1	mg/dm ³
Manganês	ppm	1	mg/dm ³
Molibdênio	ppm	1	mg/dm ³
Zinco	ppm	1	mg/dm ³

Fonte: Adaptado de Lopes; Guilherme (2004); EMBRAPA (2010).

6.4 Interpretando a atividade da fração argila

O Sistema Brasileiro de Classificação de Solos utiliza 42 atributos, 6 horizontes superficiais e 17 horizontes subsuperficiais para realizar o diagnóstico e classificação dos solos. Classificação de solos é atividade realizada por especialistas, que não é objetivo desta publicação descrever. No entanto, a atividade da fração argila é obtida na análise de solo, e necessita de tabela, ou, valores convencionados para sua interpretação, e, assim auxiliar a classificação de solos. A atividade da fração argila é a capacidade de troca de cátions correspondente à fração argila (que será representada pela letra T_{argila}) calculada pela expressão a seguir e obtida sua interpretação na Tabela 2 (EMBRAPA, 1999).

$$T_{\text{argila}} = (T_{\text{solo}}/\% \text{argila})100$$

Tabela 2 - Interpretação do resultado da atividade da fração argila.

Atividade (T_{argila}) $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$	
Atividade alta	≥ 27
Atividade baixa	< 27

Fonte: Adaptado de EMBRAPA (1999).

6.5 Avaliando os valores numéricos de uma análise

Os resultados das análises químicas se relacionam com o crescimento dos vegetais. Esta relação é chamada calibração da análise de solo e permite prever a resposta da cultura à adubação e calagem assim de suas quantidades a serem aplicadas. Para realizar a recomendação de bases trocáveis, pode ser utilizado a proporção de bases no complexo coloidal e o nível de suficiência dos nutrientes disponíveis.

A Proporção de Bases no Complexo Coloidal possui fundamento baseado, que para haver um bom crescimento vegetal deve existir adequado valor de saturação de bases. Por outro lado, não existem em abundância, trabalhos indicando

a melhor proporção entre as bases, ou a melhor saturação de cada uma das bases. Por outro lado, são encontrados trabalhos empregando o Nível de Suficiência dos Nutrientes, que se baseia na correlação entre os resultados da análise de solo e a resposta das culturas.

As tabelas regionais são elaboradas em razão de condições que afetam a resposta dos solos, geralmente associadas a condições diversas, como o clima, a cultura empregada, a classe de solo e outros fatores. Diversas tabelas são empregadas e são atuais critérios publicados por The Council on Soil Testing and Plant Analysis (HANDBOOK..., 1980); Soil Analysis handbook of reference methods (1999); Vieira, L.; Vieira, M. (1983); Jones (1984) e Vieira (1988). No entanto, em evolução, a EMBRAPA Amazônia Oriental (2010) publicou os critérios para a avaliação de resultados da análise de fertilidade, que se tornaram os parâmetros padrões para realizar esta interpretação na Amazônia oriental.

Alguns laboratórios fornecem os resultados de Ca e de Mg agrupados (Ca + Mg), pois é comum no emprego destes elementos, serem utilizados somados durante o cálculo de calagem (como veremos adiante), e também, por ocorrer sua determinação de forma conjunta quando da realização da determinação de Ca + Mg por Volumetria de Complexação, sem a obtenção do valor de Ca isoladamente, barateando assim o procedimento. Naturalmente o resultado pode ser fornecido de forma isolada, para atender trabalhos, teses e laudos que necessitam da realização de comentários e avaliações destes elementos isoladamente.

Da mesma forma alguns laboratórios fornecem os resultados do potássio em $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$ e outros em mg/dm^3 . Como abordado anteriormente os valores devem ser transformados para operar com as mesmas unidades durante os cálculos de CTC, V e m. A Tabela 3 auxilia a interpretar os resultados para as bases trocáveis e alumínio, sendo fornecido resultado do potássio em duas unidades diferente, para facilitar a interpretação sem necessidade de conversão.

Tabela 3 - Interpretação dos resultados da Análise do solo*.

	cmol _c /dm ³					K (mg/dm ³)
	Ca + Mg	Ca	Mg	Al	K	
Baixo	<2	<1,5	<0,5	<0,3	<0,10	<40
Médio	2,1 a 6	1,6 a 4,5	0,5 a 1,5	0,3 a 1,0	0,10 a 0,30	41 a 60
Alto	>6	>4,5	>1,5	>1,0	0,30 a 0,60	61 a 90
Muito alto	-	-	-	-	> 0,60	>90

* Ca, Mg e Al, Extrator KCl 1N; K, Extrator Mehlich 1.

Fonte: Adaptado de EMBRAPA Amazônia Oriental (2010).

Em alguns resultados muito antigos, o fósforo era representado por P_2O_5 em virtude de sua expressão nos fertilizantes. Para converter o P (mg/kg) em P_2O_5 deve-se multiplicar seu valor por 2,2914; e multiplicar o valor de P_2O_5 por 0,43 para convertê-lo para P.

Da mesma forma, o potássio era representado por K_2O nas análises pela sua expressão nos fertilizantes. Para transformar o K (mg/kg) em K_2O multiplique por 1,2; e multiplique por 0,83 para transformar o K_2O em K.

Para interpretar o resultado de fósforo, é importante conhecer o extrator utilizado. Embora seja pouco empregado na região norte do país, outras regiões possuem laboratórios que empregam a extração do P utilizando a resina de troca de íons, e, neste caso deve ser empregada tabela adequada para a avaliação. A Tabela 4, a seguir, abrange pesquisa regional e inclui a textura do solo para avaliar os resultados obtidos para o fósforo disponível extraído com extrator Melich 1.

Tabela 4 - Interpretação dos resultados de fósforo disponível de acordo com a textura do solo.

Textura (teor de argila - %)	P disponível (mg/dm ³)			
	Baixo	Médio	Alto	Muito alto
Arenosa (< 15)	< 11	11 - 18	19 - 25	> 25
Média (15 a 35)	< 9	9 - 15	16 - 20	> 20
Argilosa (> 35)	< 6	6 - 10	11 - 15	> 15

Fonte: EMBRAPA Amazônia Oriental (2010).

6.6 Interpretando a CTC, V e m

Para interpretar a Capacidade de Troca de Cátions – CTC é importante conhecer a natureza e a quantidade de coloides existentes no solo, devido à influência que os mesmos exercem na retenção de nutrientes do solo. O solo apresenta coloides de diferentes origens. Os coloides orgânicos, originados da decomposição da matéria orgânica, e os coloides minerais, correspondentes aos argilominerais. Em proporção, os coloides minerais existem em maior quantidade que coloides orgânicos no solo, e podem variar em sua capacidade de adsorção. Os coloides orgânicos variam, basicamente, em função de condições microbianas no solo e do tipo de matéria orgânica a sofrer o processo de humificação (LOPES, 1989). Em virtude de possuírem **cargas elétricas**, atraem íons, sendo na maioria dos casos cargas negativas, realizando retenção de cátions. Para entender a origem das cargas elétricas nas partículas, recomendamos a consulta de Lopes e Guilherme (2004) e Lopes (1989).

A predominância de cargas negativas nas partículas reveste-se de extrema importância para os vegetais, pois, elementos ionizados positivamente, os cátions, serão retidos eletrostaticamente, permitindo ao solo reter nutrientes essenciais ao desenvolvimento vegetal e posteriormente através de trocas, os fornecerem à solução do solo e, por conseguinte, aos vegetais.

Este fenômeno é fundamental para a manutenção da vida na superfície terrestre, pois, associado a outros fenômenos, permite o desenvolvimento da flora e de toda vida que advém de sua existência. De acordo com Lopes (1989) este fenômeno somente é suplantado em importância pela fotossíntese. Os íons relacionados à nutrição vegetal, mais comumente encontrados no solo estão relacionados na Tabela 5.

Tabela 5 - Formas iônicas de elementos nutritivos encontradas no solo.

ÍON	FORMA IÔNICA
Nitrogênio (amônio e nitrato)	NH_4^+ ; NO_3^-
Fósforo (fosfato)	PO_4^{--}
Potássio	K^+
Cálcio	Ca^{2+}
Magnésio	Mg^{2+}
Sódio	Na^+
Hidrogênio	H^+
Alumínio	Al^{3+}
Cloro (cloreto)	Cl^-
Enxofre (sulfato)	SO_4^{--}

Fonte: Adaptado de Lopes; Guilherme (2004).

O íon amônio, por possuir carga positiva, é passível de retenção pelas partículas do solo que possuem carga negativa, enquanto o íon nitrato deverá permanecer na solução do solo, sendo passível de ser lixiviado. Deve, portanto, o solo, além de reter partículas eletrostaticamente, possuir mecanismos que promovam retenção de solução contendo ânions, retendo, entretanto, somente o necessário, de modo a impedir o encharcamento e permitir aeração necessária ao desenvolvimento da biologia do solo (BLACK, 1965; LOPES, 1989; RAIJ, 1991).

O fenômeno ocorre com todos os íons, que serão passíveis de sofrer **adsorção iônica**, que tanto pode ser aniônica quanto catiônica, sendo que, como ocorrem predominantemente cargas negativas, o fenômeno de adsorção (e troca) de cátions é mais frequente.

Os cátions adsorvidos são substituíveis por outros cátions, ou seja, o hidrogênio pode ser substituído pelo potássio (em valores equivalentes) e vice-versa. O total de cátions que o solo pode reter é denominado de **Capacidade de Troca de Cátions** (representada por CTC, sendo mais empregada a letra **T**).

Este total de cátions que o solo pode reter corresponde ao total de cargas negativas que o solo possui. Assim sendo, a CTC pode ser compreendida como a quantidade total de cargas negativas existentes no solo, (BRADY, 1989; LOPES; GUILHERME, 2004).

A CTC é calculada na análise de solo pelo somatório de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ e Al^{3+} e H^+ , podendo ser calculada também pelo somatório de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Al^{3+} . Quando o cálculo não inclui o íon hidrogênio, a CTC recebe a denominação de **CTC efetiva** e representa a CTC atual do solo, ou seja, a quantidade máxima de retenção de cátions naquele valor atual de pH. A **CTC potencial** inclui o íon hidrogênio no somatório, representando a capacidade de troca de cátions a pH 7, a qual poderia ser obtida após liberação de sítios de troca anteriormente ocupados pelo hidrogênio e alumínio. Em alguns laboratórios e publicações, a

CTC efetiva é representada por **t**, e a CTC potencial representada pela letra **T** (LOPES; GUILHERME, 2004).

A **Soma das bases** é representada por **SB** (era muito comum anteriormente utilizar a letra S, entretanto esta prática está em desuso) e refere-se ao número de cargas negativas dos colóides ocupadas por bases. Compreende a soma de cálcio, magnésio, potássio e sódio. Alguns laboratórios não fornecem o resultado do sódio, sendo a SB fornecida pela soma dos outros três íons.

Assim, iniciando pelo valor **SB** (soma das bases), calcula-se a CTC:



CTC_{efetiva} (representada pela letra t minúscula) = SB + Al³⁺

O **t** (minúsculo) representa a CTC atual do solo, ou a CTC do momento da amostragem. Este valor adquire importância para informar a existência do **caráter Ácrico** do solo. Este caráter indica más condições existentes no solo para o desenvolvimento de vida vegetal. Corresponde à atividade de argila igual a 1,5 cmol_c/dm³, associado ao pH em KCl > 5 e Δ pH com valor positivo

CTC_{potencial} (representada pela letra **T** maiúscula) = SB + Al³⁺ + H⁺

A CTC (T) representa o total de cargas negativas que existem no solo, incluindo as que são ocupadas por íons como hidrogênio e alumínio, desinteressantes para ocupar sítios de troca e bastante frequentes nos solos da região amazônica.

Os solos apresentam diferentes resultados de CTC (T), ou seja, da quantidade de cargas negativas que dispõem para reter os cátions. Isto ocorre em razão do material de origem do solo e outros fatores como clima, presença de matéria orgânica, etc.

A CTC de diversos componentes minerais e orgânicos foi determinada. É interessante conhecer estes valores, a fim de facilitar a interpretação através de comparação dos resultados,

apresentados na Tabela 6, com valores obtidos na análise (VIEIRA, 1988). Nesta se observa que a matéria orgânica e argilominerais do tipo 2:1 apresentam maior quantidade de sítios para retenção e troca de cátions. Em comparação solos abundantes em argilominerais 1:1 e óxidos de Fe e Al não apresentam quantidades elevadas de sítios de troca, e, assim sendo, apresentam baixa CTC.

Tabela 6 - CTC da MO e de minerais presentes no solo.

COMPONENTE	CTC (cmo _c /dm ³)
Matéria orgânica	100–250
Vermiculita	100–250
Montmorilonita	80–120
Ilita	30–150
Clorita	10–40
Glauconita	5–40
Haloisita	5–10
Caulinita	3–15
Óxidos de Fe e Al	2–5

Fonte: Vieira (1988).

O conhecimento da soma das bases e da capacidade de troca de cátions permite determinar a **Porcentagem de Saturação de Bases** a pH 7, que é representada por **V%**.

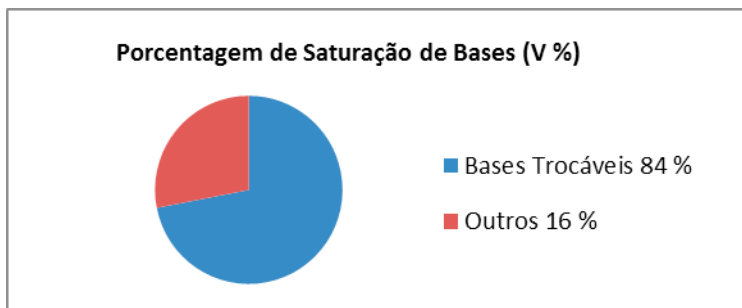
$$V\% = (100.SB)/T$$

ou

$$V\% = 100(Ca+Mg+K+Na) / (Ca+Mg+Na+Al+H)$$

O valor V% informa a porcentagem de cargas negativas disponíveis no complexo coloidal do solo, que são ocupadas por bases. Para entender o valor de V, vamos imaginar um gráfico de pizza que represente no solo os 100 % dos sítios de troca existentes (Figura 13). Em um resultado hipotético de 84 % de V, significa que, de todas as cargas negativas existentes, 84 % estão ocupadas por bases trocáveis (Ca, Mg, K e Na). O valor V não indica que a CTC é alta ou baixa. Indica apenas a porcentagem de bases retidas, na CTC existente.

Figura 13 - Representação gráfica de um exemplo de resultado da porcentagem de saturação de bases (V %).



Fonte: O Autor.

No exemplo anterior, o solo possui 84 % de V, valor maior que 50 %. Para resultados obtidos no horizonte B (diagnóstico) do solo, este solo recebe a classificação de Eutrófico, que é aplicado para solos férteis. Solos **eutróficos** possuem V% > 50, e solos **distróficos** possuem V% < 50. (LOPES; GUILHERME, 2004; VIEIRA, 1988). A Tabela 7 informa a interpretação dos valores discutidos.

Tabela 7 - Interpretação de valores da SB, t, T e V.

	T	cmol _c /dm ³		V (%)
		t	SB	
Muito baixo	≤ 1,60	≤ 0,80	≤ 0,60	≤ 20,0
Baixo	1,61 – 4,30	0,81 – 2,30	0,61 – 1,80	20,1 – 40,0
Médio	4,31 – 8,60	2,31 – 4,60	1,81 – 3,60	40,1 – 60,0
Bom	8,61 – 15,0	4,61 – 8,0	3,61 – 6,0	60,1 – 80,0
Muito bom	> 15,0	> 8,0	> 6,0	> 80,0

Fonte: Adaptado de Ribeiro, C. A.; Guimarães, P. T. G.; Alvarez, V. H.(ed.); (1999).

Da mesma forma, a **Porcentagem de Saturação de Alumínio**, expressa a quantidade, em porcentagem, da CTC que é ocupada pelo alumínio trocável, demonstrando a participação deste íon no complexo de troca e, conseqüentemente, expressar sua toxidez. Na Tabela 8 é possível avaliar os efeitos da saturação de alumínio (%).

O íon alumínio ocorre em solos ácidos, tendo sua presença diminuída com o aumento do pH. O valor da porcentagem de

sua saturação no complexo de troca é representado pela letra **m** e seu valor é dado pela expressão (LOPES; GUILHERME, 2004).

$$m = \frac{100 \cdot \text{Al}^{+++}}{t} = \frac{100 \cdot \text{Al}^{+++}}{\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^{+} + \text{Na}^{+} + \text{Al}^{+++}}$$

Tabela 8 - Avaliação do resultado da Porcentagem de Saturação de alumínio.

m	Teor
5	Muito baixo (não prejudicial)
5 a 10	Baixo (pouco prejudicial)
10 a 20	Médio (prejuízo médio)
20 a 45	Alto (prejudicial)
45	Muito alto (altamente prejudicial)

Fonte: Adaptado de Muzilli (1978).

O **caráter álico** do solo especifica valores **m** (saturação com alumínio) superiores a 50 %, com teores de alumínio trocável igual ou superiores a 0,3 meq/100 g (VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983).

6.7 Interpretando a acidez no solo

As diversas formas de acidez no solo são representadas na análise, como se observa a seguir (LOPES; GUILHERME, 2004; LOPES, 1989):

a) **pH**: Representa a **acidez ativa** do solo. A acidez ativa é representada pelo H^{+} na solução do solo. Normalmente é uma pequena fração do hidrogênio existente no solo. É expressa em valores de pH e corresponde ao valor daquele momento coletado, o qual pode ser alterado no futuro por fatores diversos. A escala de pH varia de 0 a 14, possuindo como faixa ácida de 0 a 7 e faixa básica ou alcalina de 7 a 14, sendo considerado neutro o valor 7.

A acidez ativa apresenta diversas formas de ser representada, sendo o pH em água ainda bastante empregado por representar condições naturais. A avaliação do $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ é demonstrada nas Tabelas 9, em representação ainda muito utilizada, e, 10 em representação regional, sugerida por Gama (2004).

Tabela 9 - Interpretação de valores de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ (MUZILLI).

$\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$	Grau de Reação
5,0	Acidez elevada
5,0 a 6,0	Acidez média
6,0 a 7,0	Acidez fraca
igual a 7,0	Neutro
acima de 7,0	Alcalino

Fonte: Muzilli (1978).

Para Gama (2004) a os valores de pH podem ser interpretados como se apresentam na Tabela 10.

Tabela 10 - Interpretação de valores de $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ (GAMA).

$\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$	Grau de Reação
< 4,3	Extremamente ácido
4,3 a 5,3	Fortemente ácido
4,4 a 6,5	Moderadamente ácido
6,6 a 7,3	Praticamente neutro
&,4 a 8,3	Moderadamente neutro
> 8,3	Fortemente neutro

Fonte: Adaptado de Gama (2004).

O pH em cloreto de cálcio é empregado por alguns laboratórios que desejam perceber a presença de ácidos fracos que podem existir no solo. A determinação do pH em solução de CaCl_2 se apresentam menores por perceberem a presença deste ácido. Para interpreta-lo é necessário utilizar tabelas próprias para esta finalidade (Tabela 11).

Tabela 11 - Interpretação para os valores do $\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$.

$\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$	Acidez
$\leq 4,3$	Muito alta
4,4 – 5,0	Alta
5,1 – 5,5	Média
5,6 – 6,0	Baixa
> 6	Muito baixa

Fonte: Rajj et al. (1997).

A obtenção do **pH em KCl** possibilita a obtenção de resultado em que se elimina o Potencial de Junção Líquida e proporciona condições em que os resultados não são influenciados pela variação de conteúdo de eletrólitos do solo. Possibilita obter o ΔpH , que indica a carga predominante do solo em análise, de acordo com a expressão:

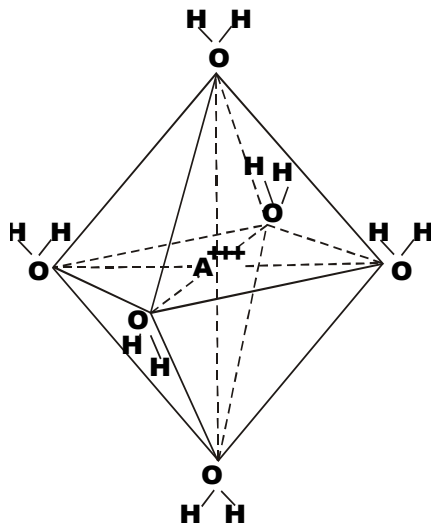
$$\Delta\text{pH} = \text{pH}_{\text{KCl}} - \text{pH}_{\text{água}}$$

O resultado obtido, caso possua valor positivo, indicará predominância de cargas positivas. Caso contrário, indicará predominância de cargas negativas.

Os solos que apresentam, em seu horizonte diagnóstico $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}} \geq 5,7$ associados à $\text{SB} \geq 2,0 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$, apresentam **Caráter Êútrico**. Na classificação de solos, o $\text{pH}_{\text{KCl}} = 4,2$, serve de limite para separar grupos dístricos e eútricos dentro dos Fluvisolos e Regossolos (VIEIRA, 1988).

b) **Acidez trocável**. A acidez trocável é representada pelo hidrogênio e alumínio retidos nas superfícies dos colóides dos solos por atração eletrostática. Entretanto, como a quantidade de Al^{3+} é predominante em relação ao hidrogênio, a determinação é conhecida como representante do teor de **alumínio trocável**. A interpretação de seus valores se encontra na Tabela 7.

O alumínio existe na forma de complexo de coordenação em que o íon central de alumínio é ligado ao oxigênio de seis moléculas de água na formação de um octaedro (Figura 14). O mesmo comporta-se como ácido por possuir prótons removíveis das moléculas de água que compõem o complexo do alumínio, acidificando o meio (BLACK, 1967).

Figura 14 - Complexo de coordenação octaédrico do alumínio.

Fonte: Black (1967).

O alumínio é considerado tóxico e algumas tabelas relacionam esta toxicidade. É importante observar que, devido suas características de solubilidade, é consenso não encontrar mais o íon alumínio trocável na solução do solo em $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ maior que 5,4 e em $\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ maior que 4,8.

O **Caráter Alumínico** é dado a condição em que o solo apresenta alto teor de Al^{3+} , geralmente maior ou igual a 4 $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$. Este valor deve ocorrer concomitantemente à atividade de argila < 20 cmol_c/kg , com V menor que 50 % e m maior 50 %.

O **Caráter Alítico** é dado a condição em que o solo apresenta teor de Al^{3+} maior ou igual a 4 cmol_c/kg . Este valor deve ocorrer com a atividade de argila > a 4 $\text{cmol}_c/\text{dm}^3$, V < 50 % e m > a 50 %;

c) **Acidez não trocável:** representada pelo Hidrogênio fornecido pela determinação da acidez potencial, o qual não está livre no solo. Encontra-se, portanto, ligado aos minerais por ligação covalente, mais estável, possuindo potencial para no futuro se integrar à solução do solo, causando assim, acidez;

d) **Acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$):** Expressa a quantidade de hidrogênio iônico e do alumínio trocável existente na superfície dos coloides do solo por força eletrostática, acrescido do H existente em ligações covalentes em relação às frações do solo. Seu teor, portanto, é um representante do valor total de cargas negativas do solo, ocupadas por elementos que causam ou poderão ocasionar acidez ao solo.

Ainda não foram divulgadas regionalmente tabelas para a interpretação de $H^+ + Al^{3+}$. A Tabela 12, a seguir, divulgada por Ribeiro, C. A.; Guimarães, P. T. G.; Alvarez, V. H.(ed.); (1999) em Minas Gerais permite avaliar este resultado.

Tabela 12 - Avaliação dos valores de acidez potencial.

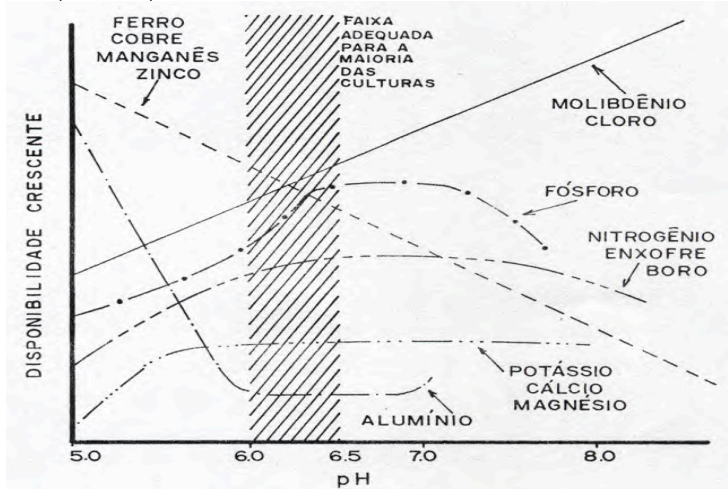
cmol _c /dm ³	Acidez potencial
≤ 1,00	Muito baixa
1,01 - 2,50	Baixa
2,51 - 5,00	Média
5,01 - 9,00	Alta
> 9,00	Muito alta

Fonte: Ribeiro; Guimarães; Alvarez (1999).

Atualmente, considera-se a faixa de pH entre 5,5 e 6,5 adequada ao desenvolvimento de diversas culturas na Amazônia. A importância de estabelecer esta faixa decorre de que a disponibilidade dos nutrientes varia com o pH. Sendo assim, alguns elementos têm sua disponibilidade aumentada com o aumento do pH, e outros elementos tem sua disponibilidade diminuída. Como é interessante disponibilizar todos os elementos considerados essenciais, na faixa sugerida, ocorrerá ao mesmo tempo, a disponibilidade de macronutrientes e de micronutrientes.

A intenção de estabelecer condições para a presença dos elementos essenciais no solo, atende o exposto por Justus Von Liebig (ver capítulo 7), que discorre que a ausência de elementos essenciais, transformam esta ausência em fator limitante para a produção vegetal. Na figura 15, é demonstrado a disponibilidade dos nutrientes vegetais, presentes no solo, de acordo com o pH (LOPES, 1889; RAIJ, 1991):

Figura 15 - Representação da relação existente entre o pH e a disponibilidade de nutrientes no solo - Faixa adequada do pH.



Fonte: Lopes (1989).

6.8 Interpretando resultados de matéria orgânica e nitrogênio

O carbono orgânico é parâmetro importante para a avaliação do solo. É necessário para obter a matéria orgânica do solo e adquire importância na classificação de horizontes superficiais (GAMA, 2004) (Tabela 13).

O nitrogênio (N) orgânico é disponibilizado após a mineralização da matéria orgânica (MO). A ação microbiana proporciona esta mineralização, a qual que ocorre após a imobilização pelos microrganismos, que utilizam o carbono e o nitrogênio em sua nutrição e constituição, liberando o excedente de N para o solo. A MO possui aproximadamente 5% de nitrogênio, mas, deste teor, aproximadamente 1 a 3 % é mineralizada. Como diversos fatores interferem na disponibilização de nitrogênio, o teor de MO não é empregado como indicativo do teor de N. (BRADY, 1989; GAMA, 2004).

A relação C/N informa o estado de decomposição da matéria orgânica decorrente da ação microbiana. Assim, relações de baixos valores (em torno de 10) indicam avançado estágio de decomposição de matéria orgânica, e valores altos (em torno de

30) indicam baixa atividade microbiana. Em condições normais o valor desta relação situa-se entre 8 e 14. Para saber mais sobre o assunto, recomenda-se consultar Brady (1989) e Malavolta (1967).

Tabela 13 - Avaliação dos teores de Carbono Orgânico e Matéria Orgânica (g/kg).

C	MO*	Teor
8	13,8	Baixo
8 a 14	13,8 a 24,1	Médio
14	24,1	Alto

MO* - Matéria Orgânica.

Fonte: Adaptado de Muzilli (1978).

6.9 Interpretando os resultados de micronutrientes

Este livro não aborda a determinação de micronutrientes. No entanto, a avaliação do teor de micronutrientes adquire importância para determinadas culturas. A EMBRAPA Amazônia Oriental (2010) divulga faixas limites para a avaliação dos resultados de micronutrientes (Tabela 14). Para maiores informações acerca da determinação de micronutrientes sugerimos a leitura de EMBRAPA (2009).

Tabela 14 - Classes para interpretação dos resultados de boro, cobre, ferro, manganês e zinco.

Micronutriente	Baixa	Média	Alta
	mg/dm ³		
Boro	< 0,35	0,35 – 0,9	>0,90
Cobre	< 0,70	0,70 – 1,80	>1,80
Ferro	< 18	18 – 45	>45
Manganês	<5	5 – 12	>12
Zinco	<0,9	0,0 – 2,2	>2,2

Fonte: Adaptado de EMBRAPA Amazônia Oriental (2010).

6.10 Interpretando os resultados dos óxidos de ferro, silício e alumínio

Como explicado anteriormente, os resultados destas determinações possuem diferente abordagem das demais. São resultados obtidos do extrato sulfúrico, diferente de resultados

obtidos da Análise de Solos que é usualmente utilizada em Ciências Agrárias, em se analisa o material obtido de ação de Solução Extratora.

Os teores de óxidos de ferro, silício e alumínio, obtidos no ataque sulfúrico são utilizados basicamente em atividades de levantamento e classificação de solos. Os óxidos de ferro são empregados para separar solo em:

- Hipoférricos: solos com teores Fe_2O_3 , menores que 80 g/dm^3 ;
- Mesoférricos: solos com teores de Fe_2O_3 , variando entre 80 a 180 g/dm^3 ;
- Férricos: solos com teores de Fe_2O_3 , variando entre 180 a 360 g/dm^3 ;
- Perférricos: solos com teor de Fe_2O_3 menores que 360 g/dm^3 .

As relações existentes entre os óxidos também é instrumento auxiliar na classificação de solos. O K_i pode ser definido como a relação entre a sílica e o óxido de alumínio. O K_r representa a relação entre a sílica e os óxidos de ferro e de alumínio (VIEIRA, 1988; VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983). São determinados pelas expressões:

$$K_i = 1,7 \frac{\% \text{SiO}_2}{\% \text{Al}_2\text{O}_3}$$

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

Os índices (K_i e K_r) são indicativos da idade ou evolução do solo e do tipo de alteração a que se submeteu. A laterização

ocorre devido a processo de lixiviação intenso, removendo componentes do solo, concentrando óxidos de ferro e alumínio, os quais podem formar crostas endurecidas. Após a desidratação total ocorrem crostas ricas em Fe_2O_3 e crostas ricas em Al_2O_3 , as bauxitas. As crostas lateríticas podem impedir a penetração de água a horizontes inferiores. Ocorrem em regiões de clima quente e úmido, como as encontradas na Amazônia. A seguir, na Tabela 15 é demonstrado a relação da idade do solo com o valor de K_i , em que solo de mais antiga formação possuem valores aproximando-se ao valor 1 e, na Tabela 15 é indicado valores de K_i em relação à formação de laterita no solo.

Tabela 15 - Índices de K_i e K_r para alguns grupos de solo.

Unidade de solo	Horizonte	K_i	K_r
Latossolo	A	1,01	0,30
	B	1,95	1,51
	C	1,87	1,66
Espodossolo	A	2,93	3,28
	B	2,09	1,42
	C	3,28	2,07
Chernossolo	A	3,61	2,66
	B	3,60	2,73
	C	3,68	2,63

Fonte: Adaptado de Vieira (1988).

Tabela 16 - Valores de K_i em função da formação laterítica.

Valores de K_i	
1,33	Lateritas
1,33 - 2,20	Solos lateríticos
2,20	Solos não lateríticos

Fonte: VIEIRA, L.; VIEIRA, M. (1983).

A Classe Latossolo, apresenta variedade de solos com semelhanças em suas características morfológicas. Por este aspecto, a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ se torna a auxiliar para a classificação do Latossolos, como apresentado a seguir (Tabela 17).

Tabela 17 - Valores da Relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ na classificação de Latossolos.

Valor de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Latossolo
<1,0	Latossolo com baixa percentagem de argila silicatada
1,0—1,6	Latossolo com percentagem intermediária de argilas silicatadas. Ex: Latossolo Roxo (maior quantidade de minerais de argila de Fe) Latossolo Vermelho Amarelo (quantidade média de minerais de argila de Fe)
1,6—2,0	Latossolo (com menor quantidade de minerais de argila de Fe) Latossolo com quantidade alta de argila silicatadas minerais: Ex. Latossolo Amarelo.

Fonte: Vieira (1988).

6.11 Interpretando resultados da análise física do solo

➤ Granulometria

A Granulometria relaciona, na análise de solo, a proporção em relação ao tamanho das partículas do solo, permitindo obter a classe textural do solo.

O solo é formado por partículas que possuem diferentes diâmetros, como relacionado abaixo (BRADY, 1989; VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983):

a) Fração grosseira (partículas maiores de 2 mm):

A denominação **Fase Pedregosa** é empregada a solos que apresentam calhaus e/ou matacões na superfície, podendo ocorrer no perfil.

A denominação **Fase Rochosa** é empregada para distinguir solos que expõem o substrato rochoso com diâmetro maior que 100 cm à superfície ou no perfil do solo.

Em solos que apresentem quantidades significativas de cascalho, acrescentam-se os termos a seguir, às classes de textura:

- Muito cascalhenta: em solos que predomine o cascalho em valores acima de 50%.
- Cascalhenta: em solos em que a massa de cascalho corresponda a valores entre 15% e 50%.

A composição da fração grosseira do solo está a seguir na Tabela 18.

Tabela 18 - Componentes da fração grosseira do solo.

Fração	Diâmetro
Matacão	maior que 20 cm de diâmetro
Calhau	entre 2 e 20 cm de diâmetro
Cascalho	entre 2 cm 2 mm de diâmetro

Fonte: VIEIRA, L.; VIEIRA, M. (1983).

b) Fração fina (partículas menores que 2 mm):

É a fração cujas partículas apresentam diâmetro menores que 2 mm. É empregada na análise de solo, e, após seu preparo no laboratório, é denominada Terra Fina Seca ao Ar (TFSA). Esta fração é também chamada por alguns autores de **Fração Ativa do Solo**, por nela ocorrerem diversos fenômenos relacionados à retenção de água, nutrientes, trocas gasosas e desenvolvimento da microbiologia do solo.

A fração fina normalmente predomina em relação à fração grosseira, e nela se distinguem três frações granulométricas denominadas: areias, silte e argila (Tabela 19). As diversas proporções existentes entre estes componentes influenciam a retenção de água e nutrientes e origina a classificação textural do solo.

Tabela 19 - Componentes da fração fina do solo.

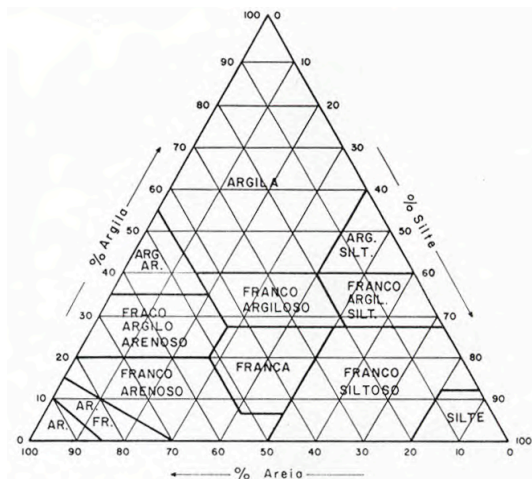
Fração	Diâmetro
Areia grossa	entre 2 e 0,2 mm
Areia fina	entre 0,2 e 0,02 mm
Silte	entre 0,02 e 0,002 mm
Argila	menor que 0,002 mm

Fonte: VIEIRA, L.; VIEIRA, M. (1983).

➤ Textura

O resultado da análise granulométrica é utilizado para classificar o solo quanto a sua textura. É obtida utilizando-se o triângulo textural (Figura 16). A classificação textural é obtida no local de cruzamento das linhas traçadas em função das quantidades existentes de areia, silte e argila nos locais indicados no triângulo. Esta classificação é empregada na descrição dos solos, fazendo parte dos caracteres morfológicos dos horizontes do solo (VIEIRA, L.; VIEIRA, M., 1983).

Figura 16 - Classes Básicas de Textura do Solo Através das Percentagens de Areia, Silte e Argila - Triângulo Textural.



Fonte: VIEIRA, L.; VIEIRA, M. (1983).

Existem agrupamentos de classes texturais que facilitam a interpretação, a seguir:

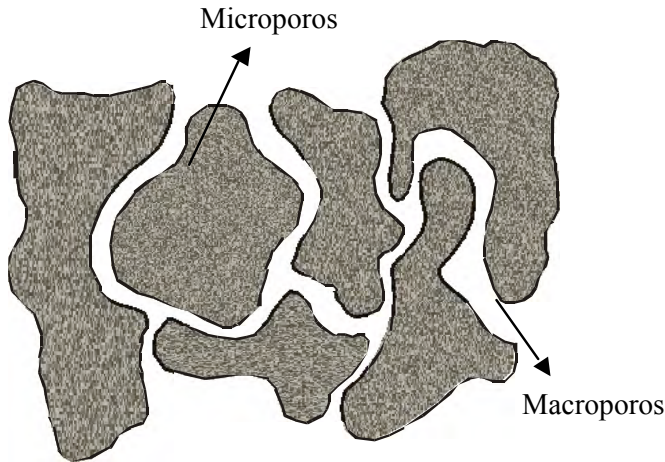
- Textura muito argilosa: refere-se a solos que possuem teor de argila superior 60%;
- Textura argilosa: refere-se a solos que possuem teor de argila entre 35% e 60%;
- Textura média: refere-se a solos que possuem teor de argila entre 15% e 35%;
- Textura arenosa: referente às classes texturais areia e areia franca (possuem 85 % ou mais de areia).

De modo geral, afirma-se que solos mais argilosos retêm água com mais intensidade que solos siltosos e arenosos. Da mesma forma, afirma-se que solos arenosos apresentam permeabilidade acima do desejado para a maior parte das culturas, permitindo lavagem do solo, sendo muito empregado o termo lixiviação, associado por muitas vezes à perda de nutrientes (BRADY, 1989).

É importante mencionar que o teor de argila expresso na análise corresponde à argila total da amostra. Para avaliar a proporção de argila que se encontra floculada, é realizada a comparação entre o resultado da argila natural com o resultado da argila total, informando o grau de estabilidade dos agregados através da obtenção do Grau de Floculação. Acima de 50%, este Grau confere boas condições de estruturação da solo e grande resistência à erosão (GAMA, 2004).

A presença de agregados é benéfica ao solo. Os agregados possuem espaços livres internamente, de tamanho diminuto que são denominados de microporos. Os espaços existentes entre agregados possuem tamanho superior e são denominados de macroporos (Figura 17). A presença de macroporos e microporos no solo possui importância em virtude de ocorrer capilaridade nos microporos, fenômeno que proporciona a retenção da solução do solo, fato relevante para a nutrição vegetal, e, no caso dos macroporos, proporcionarem a aeração e permitirem a passagem da água excedente do solo (BLACK, 1967; BRADY, 1989).

Figura 17 - Representação da macro e da microporosidade no solo.



Fonte: O Autor.

➤ Relação silte/argila

A relação silte/argila é indicativa do grau de intemperismo de um solo, e é instrumento utilizado na pedologia para a classificação dos solos. É efetuada no horizonte B diagnóstico.

É obtida pela divisão do teor de silte pelo teor de argila. Valores inferiores a 0,7 em solos de textura média e valores inferiores a 0,6 nos solos de textura argilosa indicam intemperismo elevado. Serve para diferenciar os horizontes B latossólico e B incipiente, no caso de apresentarem características morfológicas semelhantes, sendo o horizonte B latossólico o mais intemperizado. (VIEIRA, 1988)

Caso a relação apresente resultados superiores a 01 (um), pode ser empregada para previsão a risco de erosão, além de indicar menor reatividade do solo (GAMA, 2004).

6.12 Interpretando a salinidade do solo

Caráter Salino se refere à presença de sais solúveis em água (mais solúveis que sulfato de cálcio) em quantidade que interfira no crescimento da maioria dos vegetais. É indicada pela

condutividade elétrica do extrato de saturação ≥ 4 dS/m, e < 7 dS/m (25° C) em ocasiões anuais (EMBRAPA, 1999).

Caráter Sállico se refere à presença de sais solúveis em água (mais solúveis que sulfato de cálcio) em quantidade tóxica para a maioria dos vegetais. É indicada pela condutividade elétrica do extrato de saturação ≥ 7 dS/m em ocasiões anuais (EMBRAPA, 1999).

Em alguns solos pode ocorrer a saturação com o elemento sódio. A interpretação desta saturação adquire importância para indicar a necessidade de intervenção. Os valores correspondentes as faixas de saturação estão indicadas na Tabela 20.

Tabela 20 - Interpretação em função da percentagem de sódio trocável (PST).

Nome	PST
Não solodizado	0–5
Fracamente solodizado	5–10
Solodizado	10–15
Fortemente solodizado	15–20
Solonetz	20

Fonte: VIEIRA, L.; VIEIRA, M. (1983).

○ **Caráter Sódico** (obtido pela expressão 100 Na/T) indica saturação com sódio maior que 15% na parte inferior de horizontes subsuperficiais. É utilizado com frequência em análises de levantamento (EMBRAPA, 1999).

○ **Caráter Solódico** representa horizontes ou camadas que apresentem saturação por sódio (100 Na/T) variando entre 6 a 15 % em seção que defina a classe de solo (EMBRAPA, 1999).

A determinação da condutância específica no sobrenadante 1:2 e a determinação da condutividade no extrato de saturação são as duas formas são recomendadas pelo Salinity Laboratory Staff e são adotadas por diversos laboratórios espalhados pelo mundo (HANDBOOK..., 1980). A Tabela 21 auxilia a interpretação da condutividade elétrica através de ambas as formas de determinação.

Tabela 21 - Avaliação dos efeitos da salinidade no solo em função da condutividade elétrica.

dS/m		Efeitos
Pasta saturada	Água-solo 1:2	
1,0	0,4 Desprezível efeito salino	A maioria das culturas desenvolve-se bem. Nenhuma ação danosa deve ser esperada.
1,1 a 2,0	0,4 – 0,8 Baixa salinidade	Seguro para a maioria das culturas, porém em longos períodos secos podem aflorar sais à superfície causando danos às plantas.
2,1 a 4,0	0,8–1,2 moderadamente salinos	Devem-se cultivar espécies tolerantes. Colheitas reduzidas.
4,1 a 8,0	1,21 – 1,60 Solos salinos	Poucas culturas adaptam-se. Recuperação necessária.
8,1 a 16,0	1,61 – 3,20 Fortemente salino	Somente colheitas tolerantes a sais são satisfatórias.
16,0	3,2 Extremamente salino	Somente capins, plantas herbáceas, certos arbustos e árvores tolerantes ao sal desenvolver-se-ão.

Fonte: Adaptado de Jones (1984); Soil analysis... (1999).

7

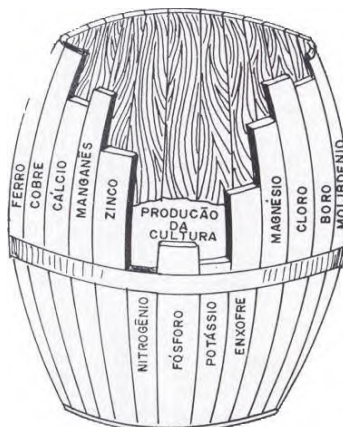
FATORES QUE AFETAM ADUBAÇÕES

Conhecer as características do adubo a ser empregado. Atender à exigência nutricional das espécies. Uso inadequado de adubos. Mistura de componentes incompatíveis. Condições existentes no solo. Solução do solo. Preparo do solo. Uso de técnicas agronômicas. Preço do adubo e do corretivo. Qualidade genética do material empregado.

A análise de solo, e a correta recomendação de adubação, não garante o sucesso em todas as atividades executadas no campo. Diversos fatores devem ser observados ao se realizar a atividade de compensar as deficiências do solo com a adição de adubos. Estes fatores são relacionados por alguns autores (ALCARDE et al., 1989; MALAVOLTA, 1967; MALAVOLTA; NEPTUNE, 1983; PONTE; SAMPAIO; SILVA, 1981), ressaltando a importância de se realizar trabalho técnico, de acordo com informações de diversas áreas de conhecimento que interagem com o trabalho técnico do agrônomo e do meio ambiente. A seguir, se sugere a observação de alguns fatores a serem consideradas antes de se executar adubação:

7.1 Conhecer as características do adubo a ser empregado

São diversas as características apresentadas pelos adubos, como higroscopicidade, empedramento, forma de apresentação, origem, estado físico, concentração de nutrientes, solubilidade, reação no solo. No Estado do Pará, de predomínio de solos ácidos, deve-se evitar o emprego de adubos de reação ácida ao solo. Da mesma forma, a Região Bragantina, assim como a maioria do Estado, possui elevada porcentagem de umidade relativa do ar, devendo gerar cuidado na aquisição de adubos em relação à higroscopicidade, principalmente caso deseje-se realizar estoques na propriedade. Na figura 18 demonstram-se os valores críticos de umidade a partir do qual o adubo passa a absorver umidade do ar. Observe que no caso de misturas entre adubos, valores ainda menores de umidade são necessários para ocorrer higroscopicidade.

Figura 19 - Limite Produtivo Representado em Esquema.

Fonte: Malavolta (1967).

7.3 Uso inadequado de adubos

Ocorre geralmente em relação à quantidade do adubo, à época errada de aplicação e a localização e aplicação do adubo. Quantidades elevadas de adubos ou corretivos podem ocasionar malefícios no caso de nitrato de sódio em solos argilosos, por conta da ação dispersante do Na^+ , afetando a estrutura do solo, ou utilizando calagem pesada corrigindo o pH do solo, mas desalojando cátions úteis do complexo de troca, que podem ser perdidos por lavagem. Utilizar adubos solúveis em época de maior necessidade por parte da cultura (o emprego do parcelamento da adubação é recomendado em especial na adubação nitrogenada, evitando perdas por lavagem). Recomenda-se distribuir uniformemente os adubos insolúveis na propriedade, para favorecer posterior solubilização, entretanto, recomenda-se aplicar adubos solúveis próximos à zona de absorção das raízes a fim de evitar perda.

7.4 Mistura de componentes incompatíveis

Deve-se possuir cuidado ao realizar misturas de adubos, devido a dois fatores: a) Higroscopicidade: o adubo ao absorver umidade do ar atmosférico em mistura com outro adubo pode absorver grande quantidade de água formando pasta de difícil manuseio,

desenvolvimento. Caso não existam condições naturais de oferta de água, deve a mesma ser suprida através de irrigação. Deve-se atentar para condições extremas, de excesso de chuvas proporcionando lavagem do solo e da carência de chuvas impedindo a solubilização dos nutrientes e, em alguns casos, proporcionando acúmulo salino no solo.

7.7 Preparo do solo

É de fundamental importância preparar o solo, caso necessário, criando condições para que o mesmo possa reter nutrientes, ar e água em proporções adequadas à cultura a ser plantada. Técnicas de desagregamento do solo, incorporação de matéria orgânica, aração, gradagem, drenagem ou irrigação devem ser objetos de estudo a serem aplicadas nas áreas sempre que necessário. O emprego de técnicas agrícolas adequadas proporciona condições ao desenvolvimento das culturas e ao bom rendimento.

7.8 Uso de técnicas agronômicas

O emprego de tratos culturais adequados a cada cultura auxilia na resposta ao desenvolvimento e à produção agronômica.

7.9 Preço do adubo e do corretivo

No Pará, apesar da existência de jazidas de calcário em Capanema, Altamira, Marabá, Conceição do Araguaia, Monte Alegre e Itaituba, a produção de adubos e corretivos no estado é pequena e sua distribuição é insuficiente e cara. Em 2001 já era relatada a diferença no preço de calcário praticado no Estado do Maranhão, onde era vendido a R\$23,00 a tonelada, chegando às propriedades rurais paraenses custando cerca de R\$100,00, em média, devido ao frete (ESPECIAL..., 2001). Em outubro de 2015 a tonelada de calcário dolomítico era vendida no município de Castanhal por R\$ 375,00.

Este preço, e outros, naturalmente, poderiam ser menores, caso o estado do Pará, que, embora seja possuidor de jazidas de fosfato, calcário, gipsita e outros insumos, deixasse de ser dependente da

importação destes insumos, que oneram a sua aquisição por parte dos produtores, tornando assim, menos competitiva a produção agrícola do estado (EMBRAPA, 2010).

7.10 Qualidade genética do material empregado

É necessário empregar plantas de produtividade, resistência a doenças e poder germinativo elevados sempre que possível, a fim de garantir melhores respostas aos tratos culturais, preparo do solo e adubação.

Outros fatores devem ser considerados, como manifestações climáticas, época de plantio, ocorrência de pragas e moléstias e solo inadequado para a atividade proposta. Caso os fatores mencionados anteriormente não tenham sido objeto de análise, existirá o risco de insucesso na adubação, com o conseqüente desperdício de recursos financeiros e de tempo.

8

Sugestão de Calagem e Adubação

Sugestões de Calagem. Considerações sobre tabelas de adubação.

Após a realização da análise, para diversas práticas agronômicas, florestais e ambientais, é realizada a calagem e a adubação. A calagem é pratica fundamental para a eficiência das adubações e para a nutrição vegetal. Como abordado anteriormente, a prática da calagem visa situar o pH do solo em faixa em que os elementos nutritivos do solo se apresentem disponíveis para os vegetais. A pratica da fertilização com adubos visa fornecer os nutrientes ao solo, em quantidade economicamente calculada, de acordo com a exigência nutricional da cultura que se deseja cultivar.

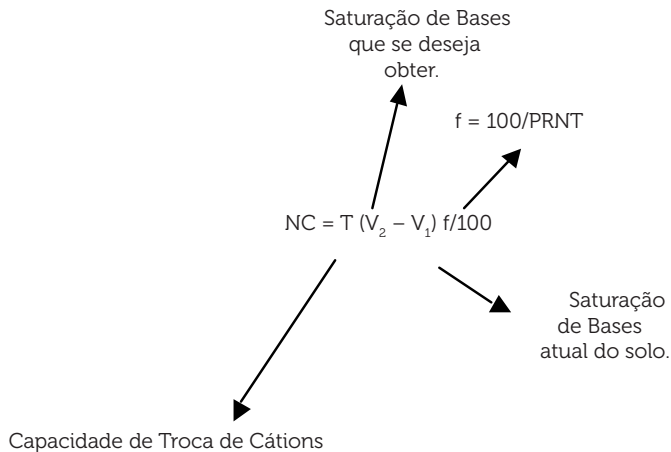
Existem diversas maneiras de realizar o cálculo da calagem para o solo. O método Shoemaker, Maclean, Pratt (SMP) é mais empregado no sul do Brasil em virtude de resposta local do método à necessidade de corretivo (EMBRAPA, 2010). O método da saturação por bases e o método do alumínio trocável e elevação dos teores de cálcio e de magnésio são bastante empregados e descritos a seguir.

Os resultados indicam a quantidade de calcário a ser aplicada em um hectare (t/ha). É considerada a área de 10.000 m² em 20 cm de profundidade, correspondente ao volume arável do solo e também ao volume explorado nutricionalmente pelas raízes, para resultados expressos em cmol_c/dm³ para corretivo com PRNT (poder relativo de neutralização total) de 100 %.

No método do alumínio trocável e elevação dos teores de Ca e Mg a Necessidade de Calcário (NC) é calculada pela multiplicação do valor de Al por 1,5 ou 2,0 (de acordo com a sensibilidade da cultura) e elevando os teores de cálcio e magnésio a 2 cmol_c/dm³ empregando a fórmula:

$$NC = 2 \times Al^{3+} + [2 - (Ca^{2+} + Mg^{2+})]$$

O método de elevação da saturação por bases exige a necessidade de analisar as bases do solo (Ca, Mg, K e Na) visando obter sua soma (SB) e também da acidez potencial ($H + Al^{3+}$). A fórmula a seguir é utilizada para obter a necessidade de calcário (NC) (LOPES; SILVA; GUILHERME et al., 1991). Como é possível que o calcário disponível não apresente PRNT igual a 100 %, existe a necessidade de empregar o fator **f** na fórmula para corrigir o PRNT (caso o PRNT seja 100 % o fator **f** será igual a 1)



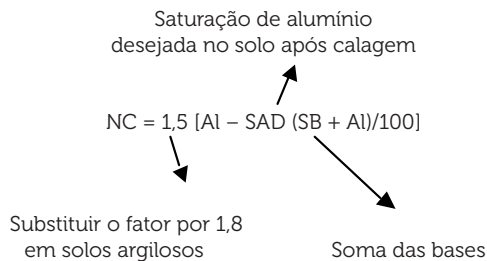
Não esquecendo que:

$$SB = Ca^{2+} + Mg^{2+} + K^+ + Na^+$$

$$T = SB + (H^+ + Al^{3+})$$

$$V = SB/T_x 100$$

Também é possível calcular a NC (t/ha) empregando a saturação de alumínio desejada (SAD) empregando a fórmula a seguir.



Para realizar a recomendação de calagem e adubação, portanto, será necessário consultar informações contidas em tabelas confeccionadas pela atividade de pesquisa. A tabela 22 é apresentada como exemplo de tabela contendo informações para proceder ao cálculo de calagem para cultura especificada. Recomendamos a consulta de Embrapa Amazônia Oriental (2010) para obter a listagem completa dos vegetais estudados, com seus devidos valores de saturação de bases desejadas ou da saturação de alumínio desejada para proceder ao cálculo da calagem.

Tabela 22 - Valores de Saturação de bases (V) desejadas para culturas industriais e perenes.

Cultura	V %	Obs.
café	60	Café Conilon (<i>Coffea canephora</i>)
dendezeiro	45	
guaranazeiro	30	
pimenta do reino	60	
pimenta longa	45	
pupunha	60	
urucum	60	
seringueira	45	

Fonte: Adaptado de EMBRAPA (2010).

Não será objeto de este livro apresentar as tabelas de adubação existentes. No entanto, a prática de consulta-las se torna necessária em razão de as diversas culturas existentes apresentarem necessidades nutricionais diferentes.

Para fornecer elementos nutritivos ao vegetal, conhecer o teor dos nutrientes através da análise de solo, é apenas o primeiro passo. Para complementar o teor dos nutrientes do solo (caso haja necessidade), e assim atender a necessidade nutricional do vegetal, será necessário consultar tabela específica para a cultura, elaborada através da pesquisa. A Embrapa (EMBRAPA, 2010) publicou tabelas regionais que recomendamos serem consultadas para poder realizar a adubação.

REFERÊNCIAS

ALCARDE, J. C. et al. **Os adubos e a eficiência das adubações**. São Paulo: ANDA, 1989. 35 p. (Boletim Técnico, 3).

ALLISON, L. E. et al. **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington, D.C: United States Salinity Laboratory Staff, 1954. 160 p. (Agriculture Handbook, n. 60).

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181: Solo-Análise granulométrica**. São Paulo, 13 p. 1984.

BACCAN, N. et al. **Química analítica Quantitativa Elementar**. São Paulo: E. Blucher, 1979, 250 p.

BLACK, C. A (org.). **Methods of Soil Analysis. Part 2: Chemical and Microbiological Properties**. Wisconsin: American Society of Agronomy, 1965. p. 771-1572.

BLACK, C. A. **Soil-plant relationships**. Iowa: Iowa State University, 1967. p. 365-402.

BLOISE, R. M.; MOREIRA, G. N. C. **Métodos de análise de solos e calcário**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, SNLCS, 1976. 36 p. (Boletim Técnico, 55).

BONO, J. A. M. et al. Métodos de amostragem de solo em sistema de plantio direto. **Ensaio e Ciência**, Campo Grande, v. 6, n. 2, p. 99-111, ago. 2002.

BOTREL, R. et al. Influência do solo e topografia sobre as variações da composição florística e estrutura da comunidade arbórea-arbustiva de uma floresta estacional semidecidual em Ingaí, MG. **Revista Brasileira de Botânica**. v. 25, n. 2, p.195-213, 2002.

BRADY, N. C. **Natureza e propriedades dos solos**. 7. ed. Rio de Janeiro: Freitas Bastos, 1989. 878 p.

BRAGA, G. N. M. **Quantidade de Calagem é Determinada pela Qualidade do Corretivo do Solo**. 2013. Disponível em: <<http://agronomiacomgismonti.blogspot.com.br/2013/12/quantidade-de-calagem-e-determinada.html#more>>. Acesso em: 21 set. 2015.

BREMMER, J. M. Determination of nitrogen in soil by the kjeldhal method. **J. Agric. Sci**, London, v. 55, p. 11-33, 1960.

CAMARGO, O. A. de et al. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas: Instituto Agronômico, 1986. 94 p.

CANTARELLA, H.; MONIZ, A. C. Unidades do sistema internacional em publicações da SBCS. **Boletim Informativo da SBCS**, Campinas, v. 20, n. 2, p. 82-84, 1995.

CARDOSO, A. **Métodos de análises químicas para avaliação da fertilidade do solo**. Belém: FCAP, 1982.

CAPURRO, M. L. **Manual de segurança**. 2. ed. São Paulo: USP. Instituto de Química, 2004. 56 p.

CHAPMAN, H. D.; PRATT, P. F. **Métodos de análisis para suelos, plantas y águas**. México: Trillas, 1973. 195 p.

CRÉPIN, J.; JOHNSON, R. L. Soil sampling for environmental assesment. In: CARTER, M. R. (Ed.). **Soil samplinf and methods of analisys**. Boca Raton, FL: CRC Press, 1993. p. 5-10.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). Amazônia Oriental. **Recomendações de adubação e calagem para o estado do Pará**. Belém: Embrapa. Amazônia Oriental, 2010, 262 p.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 1999. 412 p.

EMBRAPA. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. Ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627 p.

EMBRAPA. **Manual de métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos. 2011, 230 p.

ESPECIAL FAEPA. **O Diário do Pará**, Belém, 18 de mar. 2001. Caderno especial, p. 1.

FALHEIRO, P. F. et al. Comparação de diferentes métodos de preparação de amostras de sedimentos para granulometria a Laser. In: CONGRESSO DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ESTUDOS QUATERNÁRIOS, 13., 2011, Armação de Búzios, RJ. **Anais...** Disponível em: < http://www.abequa.org.br/trabalhos/AMOSTRAS_DE_SEDIMENTO_PARA_GRANULOMETRIA_A_LASE.pdf>. Acesso em: 14 mar. 2017.

FRACETO, L. F. **Caracterização de compostos orgânicos por métodos instrumentais de análise**. Disponível em: <www.sorocaba.unesp.br/professor/leonardo/olowload/org/aula4-tecnicas.ppt>. Acesso em 14 mar. 2017.

FRANÇA, S. C. A.; COUTO, H. J. B. Análise microgranulométrica – Malvern e Sedigraph. In: SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. **Tratamento de minérios: práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM – COPM. 2007. p. 101-122.

FREITAS, P. C. de et al. Extração assistida por ultrassom para determinação colorimétrica de ferro em solo: uma comparação com espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado. **Quím. Nova**, v. 38, n. 4, p. 570-574. 2015.

FREITAS, R. C. A. **Argila dispersa em água por agitação rápida, lenta e ultrassom**. 2011. 61 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais. 2011.

GAMA, J. R. N. F. **Solos: manejo e interpretação**. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, 2004. 183 p.

GUIMARÃES, G. A. et al. **Métodos de análise física, química e instrumental de solos**. Belém: IPEAN, 1970. 108 p.

HANDBOOK on Reference Methods For Soil Testing. Athens, Georgia: The Council on Soil Testing and Plant Analysis, 1980. 130p.

HARVEY, D. **Modern analytical chemistry**. São Paulo: Mcgraw-Hill. 2000. 816 p.

INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ (IAPAR). **Amostragem de solo para análise química: plantio direto e convencional, culturas perenes, várzeas, pastagens e capineiras**. 1996. 28 p. (IAPAR, circular, 90).

JAKSON, M. L. **Soil chemical analysis**. New York: Prentice Hall, 1958. 498 p.

JONES, J. B. JR. **Laboratory guide of exercises in conducting soil tests and plant analysis**. Athens: Benton Laboratories, 1984. 158 p.

KHERIG, A. G.; AGUIAR, H. A. **Determinação de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina e complexo coloidal.** Rio de Janeiro: Instituto de Química Agrícola, 1949. 52 p. (Boletim Técnico, 12).

LECO CORPORATION TRUSPEC. **Carbon, hydrogen, nitrogen, sulfúfur determinator.** Michigan, USA: LECO Corporation, 2009. 520 p.

LIMA, M. R. **Diagnóstico e recomendações de manejo do solo: aspectos teóricos e metodológicos.** Curitiba: UFPR. Setor de Ciências Agrárias. 2006. 349 p.

LOPES, A. S.; SILVA, M. de C.; GUILHERME, R. G. **Acidez do solo e calagem.** São Paulo: ANDA. 1991, 22 p.

LOPES, A. S. **Manual de fertilidade de solos.** São Paulo: ANDA. POTAFOS, 1989. 153 p.

LOPES, A. S.; GUILHERME, L. R. G. **Interpretação da análise do solo: conceitos e aplicações.** São Paulo: ANDA. Comitê de Pesquisa Técnico, 2004. 50 p.

MALAVOLTA, E. **Manual de química agrícola, adubos e adubações.** São Paulo: Agronômica Ceres, 1967. 606 p.

MALAVOLTA, E.; NEPTUNE, A. M. L. **Características e eficiência dos adubos nitrogenados.** São Paulo: SN Centro de Pesquisa e Promoção de Sulfato de Amônio, 1983, 45 p.

MALAVOLTA, E. **A B C da Adubação.** São Paulo: Agronômica Ceres, 1989. 292 p.

MARTINS, P. F. da S. **Análise física do solo.** Belém: FCAP, 1985. (Mimeografado).

MENDHAM, J. et al. **Vogel: Análise química quantitativa.** 6. ed. Rio de Janeiro: LTD Editora, 2002. 488 p.

MUZILLI, O. **Análise de solos**: interpretação e recomendação de calagem e adubação para o estado do Paraná. Londrina: Fundação Instituto Agrônômico do Paraná, 1978. 49 p.

NOGUEIRA, A. R. de A. Preparo de amostras. In: ENCONTRO NACIONAL SOBRE MÉTODOS DE LABORATÓRIO DA EMBRAPA, 8., 2003, Jaguariúna, SP. **Novas perspectivas para os laboratórios da Embrapa. Jaguariúna, SP**: Embrapa Meio Ambiente, 2003. 20 p.

NOGUEIRA, A. R. et al. Digestão por amostras assistida por micro-ondas. In: WORKSHOP SOBRE PREPARO DE AMOSTRAS, 5., 2004, São Paulo. **Anais...** São Paulo: CENA-USP, 2004, 37 p.

OLEYNIK, J.; BRAGAGNOLO, N.; BUBLITZ, U. **Análises de solo**: tabelas para transformação de resultados analíticos e interpretação de resultados. 2. ed. Curitiba: EMATER-Paraná, 1989. 27 p.

PATNAIK, K. P. **Dean's Analytical Chemistry Handbook**. 2. ed. New York: Mcgraw-Hill, 2004. 1114 p.

PEREZ, S.; BEZERRA, I. **1001 Plantas**. São Paulo: Europa, 2000.

PONTE, N. T.; SAMPAIO, M. C. T.; SILVA, G. S. **Fertilizantes no Norte**: problemas e perspectivas. Belém: FCAP, 1981. 46 p.

RAIJ, B. **Van Fertilidade do solo e adubação**. São Paulo: Ceres; Piracicaba: Potafos, 1991. 343 p.

RAIJ, B. V. et al. **Recomendações de adubação calagem para o estado de São Paulo**. 2. ed. rev. atual. Campinas: Instituto Agrônômico, 1997, 285 p.

RAIJ, B. V. et al. **Análise de solo para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: IAC. 2001. 285 p.

RIBEIRO, C. A.; GUIMARÃES, P. T. G.; ALVAREZ, V. H (Ed.) **Recomendações para uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais**. Viçosa, 1999, 359 p.

RIBEIRO, I. **Análise granulométrica de solos tropicais com granulômetro a laser**. 2014. 60 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Goiás. Anápolis, Goiás. 2014.

ROMANUS, O. **Tabela de Primeiros Socorros para Laboratório**. Curitiba: Escola de Química da Universidade do Paraná, 1958. 9 p.

ROUESSAC, F.; ROUESSAC, A. **Chemical Analylis**: Modern Instrumentation Methods and Techniques. 2. ed. Chichester, UK: John Wiley e Sons, 2007. 586 p.

RUBINSON, K. A.; RUBINSON, J. F. **Análisis instrumental**. Madri: Pearson Education, 2001, 872 p.

SÁ, M. A. C.; LIMA, J. M. **Energia Ultrassônica**: uma ferramenta em ciência do solo. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados. 2005, 29 p.
SEGMINI, A.; SANTOS, L. M. et al. Estudo comparativo de métodos para a determinação da concentração de carbono em solos com altos teores de Fe (latossolos). **Química Nova**, São Paulo, v. 31, n. 1, 2008. Disponível em: <<http://www.scielo.br>>. Acesso: 14. mar. 2012.

SERRAT. B. M.; OLIVEIRA, A. C. Amostragem de solos para fins de manejo da fertilidade. In: LIMA, M. R. (Ed.). **Diagnóstico e recomendação do manejo de solo**: aspectos técnicos e metodológicos. Curitiba: UFPR. Setor de Ciências Agrárias, 2006. 349 p.

SHEPARD, S. C.; ADDINSON, J. A. Soil sampling and storage. In: CARTER, M. R.; GREGORICH, E. G. (Ed.). **Soil sampling and methods of analysis**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2008. 198 p.

SILVA, D. R. G.; LOPES, A. S. **Princípios básicos para formulação e mistura de fertilizantes**. Lavras, MG: UFLA. Departamento de

Ciências do Solo, 2012. 46 p. (Boletim Técnico, n. 89).

SILVA JUNIOR, M. L.; MELO, V. S.; SILVA, G. R. **Manual de amostragem de solo para fins de fertilidade**. Belém: Universidade Federal Rural da Amazônia. 2006. 61 p.

SKOOG, D. et al. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo, SP: Thomson, 2006, 1026 p.

SLAVIN, W. **Atomic absorption spectroscopy**. New York: Interscience, 1968. 307 p.

SOIL Analysis Handbook of Reference Methods: Handbook of reference methods for analysis. Boca Raton: CRC Press, 1999. 251 p.

TAN, H. K. **Soil sampling, preparation and analysis**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2005. 639 p.

TRAUTMANN. **Manual de segurança e boas práticas em laboratórios químicos**. São Paulo: USP; Diadema: UNIFESP, 2008. 149 p.

VETORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1969. 24 p.

VIEIRA, E. C. et al. Decomposição de amostras de solos assistida por radiação micro-ondas: estratégia para evitar a formação de fluoretos insolúveis. **R. Bras. Ci. Solo**, v 2, p. 547-553, 2005. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/rbcs/v29n4/26103.pdf>. Acesso em: 05 de jan. 2018.

VIEIRA, L. S. **Manual da ciência do solo**. São Paulo: Agronômica Ceres, 1988. 464 p.

VIEIRA, L. S.; VIEIRA, M. de N. F. **Manual de morfologia e classificação de solos**. 2. ed. rev. ampl. São Paulo: Agronômica Ceres, 1983. 319 p.

VITORINO, A. C. T. et al. Níveis de energia ultra-sônica na dispersão de argila em solos da região de Lavras (MG). **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 25, n. 6, p. 1330-1336, nov./dez. 2001.

VOGEL'S quantitative chemical analysis. London: Scientific e Thecnical, 1989, 906 p.

WAGNER, D. T.; ARANHA, I. B. Método para análise do tamanho de partículas por espalhamento de luz para Bentonita Chocolate. JORNADA DE EDUCAÇÃO CIENTÍFICA – CETEM, 15., 2007, Rio de Janeiro. **Anais...** Disponível em: <<http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/644/1/Debora.pdf>>. Acesso em: 05 de jan. 2018.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of Degtjareff method for determinig soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 37, p. 29-38, 1934.

ANEXOS

ANEXO A - CARACTERÍSTICAS DOS PRINCIPAIS ADUBOS

Tabela 23 - Porcentagem de macronutrientes primários em adubos orgânicos.

Adubo Orgânico	N%	P%	K%
Cinza de madeira	-	-	15,00
Composto orgânico	1,20	1,40	0,50
Esterco de gado	0,40	0,20	0,44
Esterco de cavalo	0,54	0,23	0,54
Esterco de galinha	1,63	1,55	0,80
Esterco de porco	0,45	0,19	0,60
Farinha de ossos	2,00	24,00	-
Farinha de peixe	5,00	9,00	3,00
Farinha de sangue	2,00	1,00	0,60
Torta de mamona	5,60	2,00	1,00

Fonte: Perez e Bezerra (2000).

Tabela 24 - Composição média de adubos orgânicos.

Adubo orgânico	Matéria Orgânica	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
Esterco de Bovinos	57	1,7	0,9	1,4
Esterco de equinos	46	1,4	0,5	1,7
Esterco de suínos	53	1,9	0,7	0,4
Esterco de ovinos	65	1,4	1,0	2,0
Esterco de aves	50	3,0	3,0	2,0
Composto orgânico	31	1,4	1,4	0,8
Resíduo urbano	29	1,4	0,2	1,0

Fonte: Lopes (1989).

Tabela 25 - Adubos nitrogenados.

Fertilizante	Garantia Mínima/forma	Reação/I.A.-I.B.*	Solubilidade*	Observação
Uréia	44%-amídica	Ácida-71	78	O teor de biureto não pode ser superior que 1,5% para aplicação no solo e 0,3% para aplicação foliar. Possui 4 a 6% de enxofre
Sulfato de amônio	20%-amoni- acal	Ácida-110	71	Não poderá ser excedido o teor de 1% para tiocianato de amônio. Possui 22 a 24% de enxofre.
Nitrato de amônio	32% a 50% amoni- acal e 50% nítrico	Ácida-62	118	-
Nitrato de amônio e cálcio	20% a 50% amoni- acal e 50% nítrica			Possui 2 a 8% de cálcio e 1 5% de magnésio
Nitrato de sódio	15%- Nítrica	Básica-29	73	O teor de perclorato de sódio não poderá ser maior que 1%.

Fonte: Alcarde et al. (1989); Lopes (1989).

***I.A. e I.B.:** Índice de Acidez e Índice de Basicidade.

***Índice de Acidez:** é o número de quilos de carbonato de cálcio necessário para neutralizar a acidez originada pelo uso de 100 kg de fertilizante.

***Índice de Basicidade:** é o de quilos de carbonato de cálcio que exercem a mesma ação neutralizadora de 100 kg de fertilizante.

***Solubilidade:** fornecida em partes (100 partes de água fria).

Tabela 26 - Adubos Fosfatados.

Fertilizante	P ₂ O ₅ Total	Característica-P ₂ O ₅	Observação
Superfosfato simples	19-21%	18% solúvel em CNA*+água e 16% solúvel em água	Possui 18 a 20% de cálcio e 10 a 12% de enxofre
Superfosfato triplo	42-48%	41% solúvel em CNA+água e 37% solúvel em água	Possui 12 a 14% de cálcio
Hiperfosfato	32%	12% solúvel em ácido cítrico a 2% na relação 1: 100	30 a 34% de cálcio
Termofosfato	19%	14% solúvel em ácido cítrico a 2% na relação 1: 100	Possui 7% de magnésio e 18 a 20% de cálcio
Fosfato natural	20%	4% solúvel em ácido cítrico a 2% na relação 1: 100	23 a 27% de cálcio
Fosfato monoamônico (MAP)	48%	48% solúvel CNA+água e 44% solúvel em água	Possui 9% de nitrogênio (forma amoniacal)
Fosfato diamônico (DAP)	45%	45% solúvel em CNA + água e 38% solúvel em água	Possui 16% de nitrogênio (forma amoniacal)

Fonte: Alcarde et al. (1989); Lopes (1989).

*CNA: Citrato neutro de amônio.

Tabela 27 - Adubos potássicos.

Fertilizante	Garantia Mínima	Características	Observação
Cloreto de potássio	58% de K_2O	Potássio na forma de cloreto determinado como K_2O solúvel em água	Possui 45 a 48% de cloro
Sulfato de potássio	48% de K_2O	Potássio na forma de sulfato determinado como K_2O solúvel em água	Possui 15 a 17% de enxofre e até 1,2% de magnésio
Sulfato de potássio e magnésio	18% de K_2O 4,5% de Mg	K_2O e Mg solúveis em água (sulfato)	Possui 22 a 24% de enxofre e 1 a 2,5% de cloro
Nitrato de potássio	44% de K_2O 13% de N	K_2O solúvel em água	Nitrogênio na forma nítrica

Fonte: Alcarde. et al. (1989); Lopes (1989).

Tabela 28 - Adubos contendo macronutrientes secundários.

Fertilizante	Garantia Mínima	Características	Observação
Sulfato de cálcio	16% de Ca 13% de S	Comporta-se ainda como corretivo de alcalinidade	
Sulfato de magnésio	9% de Mg 21 a 27% de S	Mg solúvel em água	Conhecido como gesso agrícola
Óxido de magnésio	55% de Mg	MgO como Mg total	
Carbonato de magnésio	27% de Mg	MgCO ₃ como Mg total	

Fonte: Alcarde, et al. (1989); Lopes (1989).

Tabela 29 - Tabela resumo de materiais contendo enxofre.

Fertilizante	%S
Enxofre elementar	98-99
Sulfato de cálcio	15-16
Superfosfato simples	11,6
Superfosfato triplo	1,4
Sulfato de amônio	24,0
Sulfato de potássio	18,0
Sulfato de potássio e magnésio	23,0

Fonte: Oleynik et al. (1989).

Tabela 30 - Corretivos da acidez do solo.

Corretivo	Poder de neutralização % de CaCO_3	% CaO + % MgO
Calcários	67	38
Cal virgem agrícola	125	68
Cal hidratada agrícola	94	50
Escórias	60	30
Calcário calcinado agrícola	80	43
Outros	67	38

Fonte: Malavolta (1989).

ANEXO B - TABELAS DE CONVERSÃO E TRANSFORMAÇÃO DE RESULTADOS

Tabela 31 - Fatores de conversão.

	Unidade	meq	g N	g NO ₃ ⁻	g NH ₄ ⁺
Nitrogênio	meq	1	0,01401	0,06201	0,018004
	g N	71,377	1	4,42680	1,28783
	g NO ₃ ⁻	16,126	0,22589	1	0,29092
	g NH ₄ ⁺	55,432	0,77650	3,43740	1

	Unidade	meq	g P	g P ₂ O ₅	g PO ₄ ⁻⁻⁻
Fósforo	meq	1	0,01032	0,02367	0,03166
	g P	96,899	1	2,2914	3,06618
	g P ₂ O ₅	42,265	0,43642	1	1,33812
	g PO ₄ ⁻⁻⁻	31,589	0,32614	0,74732	1

	Unidade	meq	g K	G K ₂ O
Potássio	meq	1	0,03909	0,04709
	g K	25,582	1	1,20458
	g K ₂ O	21,236	0,83016	1

	Unidade	meq	g Ca	g CaO	g CaCO ₃
Cálcio	meq	1	0,02004	0,02804	0,05004
	g Ca	49,900	1	1,39920	2,49726
	g CaO	35,663	0,71470	1	1,78477
	g CaCO ₃	19,984	0,40044	0,56023	1

	Unidade	meq	g Mg	g MgO	g MgCO ₃
Magnésio	meq	1	0,01215	0,02015	0,04216
	g Mg	82,304	1	1,65807	3,46829
	g MgO	49,628	0,60311	1	2,09100
	g MgCO ₃	23,719	0,28833	0,47807	1

	unidade	meq	g S	g SO ₄ ⁻	g CaSO ₄
Enxofre	meq	1	0,01603	0,04803	0,06807
	g S	62,375	1	2,99588	4,24588
	g SO ₄ ⁻	20,820	0,33379	1	1,41724
	g CaSO ₄	14,691	0,23552	0,70560	1

Fonte: Lopes; Guilherme (2004).

Tabela 32 - Fatores de transformação dos resultados.

Expressão a transformar	g/100g	Mg/100g	ppm	kg/ha	t/ha
g/100g	1	1.000	10.000	20.000	20
Mg/100g	0,001	1	10	20	0,02
ppm	0,0001	0,1	1	2	0,002
kg/ha*	0,00005	0,05	0,5	1	0,001
t/ha*	0,05	50	500	1.000	1

Fonte: Lopes e Guilherme (2004).

