

MANUAL DE PROCEDIMENTOS DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE QUÍMICA DE PLANTAS, SOLO E FERTILIZANTES

Adriana Maria Meneghetti



EDUTFPR

**MANUAL DE PROCEDIMENTOS
DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE
QUÍMICA DE PLANTAS, SOLO
E FERTILIZANTES**



UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

Reitor Luiz Alberto Pilatti
Vice-Reitora Vanessa Ishikawa Rasoto



EDITORA DA UTFPR

Coordenadora-Geral Camila Lopes Ferreira
Coordenadora-Adjunta Emanuelle Torino

CONSELHO EDITORIAL

Titulares Anna Luiza Metidierl Cruz Malthes
Awdry Feisser Miquelin
Douglas Sampaio Henrique
Eduardo Leite kruger
Francis Kanashiro Meneghetti
Ligia Patrícia Torino Guassu
Marcos Antonio Florczak
Rogério Caetano de Almeida
Thomaz Aurélio Pagioro

Suplentes Adriane de Lima Penteado
Alberto Yoshihiro Nakano
Alessandra Dutra
Anderson Catapan
Cintia de Lourdes Nahhas Rodacki
Ricardo Luders
Ricardo Yuji Sado
Rodrigo Alexandre de Carvalho Xavier
Sara Tatiana Moreira

Adriana Maria Meneghetti

**MANUAL DE PROCEDIMENTOS
DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE
QUÍMICA DE PLANTAS, SOLO
E FERTILIZANTES**

Curitiba | EDUTFPR | 2018

© 2017 Editora da Universidade Tecnológica Federal do Paraná



Esta licença permite o download e o compartilhamento da obra desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es), sem a possibilidade de alterá-la ou utilizá-la para fins comerciais.

Disponível em: <<http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/>>.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

M541m Meneghetti, Adriana Maria

Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes [Recurso eletrônico] / Adriana Maria Meneghetti.– Curitiba: EDUTFPR, 2018.

252 p.: il. ; 23 cm.

ISBN: 978-85-7014-209-2 (E-book)

E-book disponível em: <http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/>

1. Ciência do solo. 2. Química do solo. 3. Química analítica. I. Título.

CDD (22. ed.) 631.41

Bibliotecário: Walison Oliveira CRB-9/1871

Coordenação Editorial Camila Lopes Ferreira
Emanuelle Torino

Projeto Gráfico Marco Tulio Braga de Moraes

Normalização Jean Maicon Rodrigues
Camila Lopes Ferreira

Revisão Adão de Araújo

EDUTFPR

Editora da Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Av. Sete de Setembro, 3165
80230-901 Curitiba PR
<http://portal.utfpr.edu.br/editora/>

SUMÁRIO

17	APRESENTAÇÃO
21	1 AMOSTRAGEM DE SOLO E MATERIAL VEGETAL
23	1.1 AMOSTRAGEM DO SOLO
25	1.1.1 Tipos de Amostras de Solo
26	1.1.2 Amostragem para Fins de Fertilidade do Solo
26	1.1.3 Amostragem ao Acaso
28	1.1.4 Amostragem de Solo Georreferenciada ou Sistemática
30	1.1.5 Relação Volume da Amostra x Área
30	1.1.6 Época e Frequência de Amostragem
30	1.1.7 Profundidade de Amostragem
32	1.1.8 Cuidados na Amostragem
34	1.1.9 Amostragem de Solo em Sistema de Plantio Direto
34	1.1.10 Materiais Utilizados para Amostragem do Solo
36	1.1.11 Amostragem de Solo em Culturas Perenes
37	1.1.12 Amostragem de Solo em Áreas de Pastagens
37	1.2 COLETA DE SOLO E MATERIAL VEGETAL PARA ANÁLISE MICROBIOLÓGICA (NEMATOLÓGICA)
38	1.2.1 Coleta de Amostras de Solo e Raízes para Análise Nematológica
41	1.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE SOLO PARA ANÁLISE DE FERTILIDADE EM LABORATÓRIO
42	1.4 AMOSTRAGEM DE TECIDO VEGETAL OU MATERIAL VEGETAL PARA DIAGNOSE FOLIAR
44	1.4.1 Procedimentos para Coleta de Folhas de Algumas Culturas
45	1.4.1.1 Café
45	1.4.1.2 Citros
46	1.4.1.3 Cana-de-açúcar
47	1.4.1.4 Soja
48	1.4.1.5 Milho
48	1.4.1.6 Algodão
49	1.4.1.7 Trigo
50	1.4.1.8 Pastagem
50	1.5 COLETA DE FERTILIZANTE SÓLIDO E CORRETIVO
50	1.5.1 Procedimentos para Coleta de Amostras
52	1.5.2 Procedimentos para Preparo das Amostras



55 2 ACIDEZ DO SOLO

57	2.1 ACIDEZ DO SOLO
57	2.1.1 Conceitos e Componentes da Acidez
58	2.1.2 Reações do Solo
58	2.1.3 Tipos de Acidez (Acidez Ativa e Potencial)
59	2.1.3.1 Acidez ativa (H^+ na solução no solo)
59	2.1.3.1.1 <i>Métodos de determinação da acidez ativa</i>
61	2.1.3.1.2 <i>Interpretação dos resultados para acidez do solo</i>
62	2.1.3.2 Solos eletropositivos e eletronegativos
63	2.1.3.3 Acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$)
64	2.1.3.3.1 <i>Métodos de determinação da acidez potencial</i>
69	2.2 ALUMÍNIO TROCÁVEL
71	2.2.1 Interpretação dos Resultados
72	2.3 PORCENTAGEM DE SATURAÇÃO POR ALUMÍNIO (m%)
72	2.4 CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS EFETIVA (t)
73	2.4.1 Interpretação dos Resultados
73	2.5 SOMA DAS BASES (S), CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS (CTC) E SATURAÇÃO POR BASES (V)
73	2.5.1 Cálculo da Soma das Bases (S)
74	2.5.2 Cálculo da Capacidade de Troca de Cátions (CTC) ou T a Ph 7,0
74	2.5.3 Interpretação dos Resultados
74	2.5.4 Cálculo da Saturação por Bases
75	2.5.5 Interpretação dos Resultados
77	2.6 ANÁLISE DE CORRETIVOS DA ACIDEZ DO SOLO
78	2.6.1 Classificação dos Calcários
79	2.6.2 Eficiência dos Corretivos
81	2.6.3 Determinação do Poder de Neutralização (PN)
81	2.6.3.1 Método da titulação ácido-base
84	2.6.4 Determinação do Teor de CaO e MgO do Corretivo
84	2.6.4.1 Metodologia para preparo dos reagentes
84	2.6.4.2 Metodologia para determinação do valor de neutralização
84	2.6.4.3 Fazer uma prova em branco (sem amostra)
85	2.6.4.4 Exemplo de cálculo (0,5 g de corretivo)
85	2.6.5 Determinação do Teor de CaO e MgO (EAA)
86	2.6.5.1 Cálculo do %CaO e do %MgO
87	2.6.6 Métodos para Recomendação de Calagem
87	2.6.6.1 Neutralização do alumínio
88	2.6.6.2 Solução tampão SMP
89	2.6.6.3 Saturação por bases
91	2.6.6.3.1 <i>Determinação da eficiência relativa</i>



93	2.7 USO DE GESSO NA AGRICULTURA
93	2.7.1 Teste Biológico
94	2.7.2 Interpretação do Teste
95	2.7.3 Quanto de Gesso Aplicar

97 3 METODOLOGIA PARA PREPARO DOS REAGENTES

99	3.1 METODOLOGIA PARA PREPARO DOS REAGENTES QUANDO NÃO SÃO APRESENTADOS OS PROCEDIMENTOS
99	3.1.1 Determinação da Molaridade ou Concentração Molar (M ou mol L ⁻¹)
100	3.1.2 Transformação de Concentração Molar ou Molaridade em Normalidade
101	3.1.3 Determinação de Concentração em Normalidade
102	3.1.4 Diluição para Preparar Soluções
102	3.1.5 Transformar Concentração Comum (g L ⁻¹) em Concentração Molar (Molaridade – mol L ⁻¹)
103	3.1.6 Transformar Porcentagem em Concentração Molar (Molaridade – mol L ⁻¹)

105 4 POTÁSSIO E FÓSFORO NO SOLO

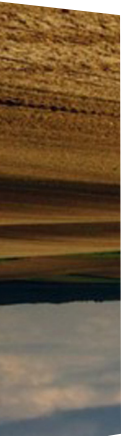
107	4.1 DETERMINAÇÃO DE POTÁSSIO DISPONÍVEL NO SOLO
107	4.1.1 Método por Fotometria de Chama com Extrator Mehlich-1
107	4.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes
108	4.1.1.2 Curva de calibração para determinação do potássio utilizando fotômetro de chama
108	4.1.1.2.1 Sequência para a curva de calibração para K
109	4.1.1.2.2 Sequência teórica para construção da curva
109	4.1.1.2.3 Exemplo de equação da curva de calibração
109	4.1.1.3 Procedimento para extração
110	4.1.1.4 Procedimento para determinação por fotometria de chama
110	4.1.1.5 Equação da curva de calibração
110	4.1.1.6 Cálculo da concentração final
110	4.1.2 Método por Espectrometria de Absorção Atômica com Extrator Mehlich-1
111	4.1.2.1 Procedimento para determinação por espectrometria de absorção atômica
111	4.1.2.2 Cálculo
112	4.1.2.3 Interpretação dos resultados
112	4.2 DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO DISPONÍVEL NO SOLO



114	4.2.1 Método por Espectrometria de Absorção Molecular com Extrator Mehlich-1
114	4.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
116	4.2.1.2 Curva de calibração para determinação de fósforo por espectrometria de absorção molecular
116	4.2.1.3 Sequência para construção da curva
117	4.2.1.4 Procedimento para extração
117	4.2.1.5 Procedimento para determinação
117	4.2.1.6 Cálculo
117	4.2.1.6.1 <i>Exemplo da curva de calibração</i>
118	4.2.1.7 Interpretação dos resultados

119 5 MATÉRIA ORGÂNICA

121	5.1 DETERMINAÇÃO DE MATÉRIA ORGÂNICA
123	5.1.1 Método Volumétrico
123	5.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
123	5.1.1.2 Procedimento analítico
124	5.1.1.3 Padronização do sulfato ferroso ou sulfato ferroso amoniacal
125	5.1.1.4 Cálculo do teor de matéria orgânica
125	5.1.1.5 Cálculo para determinação do carbono orgânico do solo
126	5.1.1.5.1 <i>Matéria orgânica</i>
127	5.1.1.6 Interpretação dos resultados
128	5.2 MATÉRIA ORGÂNICA – MÉTODO JACKSON (2005)
128	5.2.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
128	5.2.2 Metodologia para Procedimento Analítico
129	5.2.3 Cálculos
130	5.3 DETERMINAÇÃO DO CARBONO DA BIOMASSA MICROBIANA DO SOLO (BMS-C)
131	5.3.1 Princípio do Método
131	5.3.2 Materiais e Equipamentos
132	5.3.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Extração
133	5.3.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Carbono Microbiano
133	5.3.5 Amostra
133	5.3.5.1 Preparação das amostras
134	5.3.5.2 Determinação da umidade na capacidade de campo do solo
134	5.3.5.3 Procedimento
135	5.3.5.4 Procedimento analítico
135	5.3.6 Determinação da Umidade do Solo
135	5.3.7 Fumigação
136	5.3.8 Procedimento para Extração



137	5.3.9 Determinação do Carbono Microbiano
138	5.3.10 Cálculo da Molaridade Exata da Solução de Sulfato Ferroso Amoniacal $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ $0,033 \text{ mol L}^{-1}$
138	5.3.11 Cálculo do Teor de Carbono nos Extratos
139	5.3.12 Cálculo da BMS-C
139	5.3.13 Limitações do Processo
140	5.4 DETERMINAÇÃO DA RESPIRAÇÃO BASAL (RBS) E QUOCIENTE METABÓLICO DO SOLO ($q\text{CO}_2$)
140	5.4.1 Materiais e Equipamentos
141	5.4.2 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
142	5.4.3 Amostras
142	5.4.3.1 Preparação da amostra
142	5.4.4 Determinação da Umidade na Capacidade de Campo do Solo
143	5.4.4.1 Procedimento
144	5.4.4.2 Procedimento analítico
144	5.4.4.3 Incubação
145	5.4.4.4 Quantificação do CO_2 respirado
146	5.4.4.5 Determinação da molaridade exata do HCl
147	5.4.4.6 Cálculo da respiração basal do solo
147	5.4.5 Quociente Metabólico do Solo ($q\text{CO}_2$)
148	5.4.5.1 Limitações do método
148	5.5 DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO DA BIOMASSA MICROBIANA DO SOLO (BMS-N)
148	5.5.1 Princípio do Método
149	5.5.2 Materiais e Equipamentos
150	5.5.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Extração
151	5.5.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Nitrogênio Microbiano
152	5.5.5 Amostras
152	5.5.5.1 Preparação da amostra
152	5.5.6 Determinação da Umidade na Capacidade de Campo do Solo
153	5.5.6.1 Procedimento
154	5.5.6.2 Procedimento analítico
154	5.5.7 Determinação da Umidade do Solo
154	5.5.8 Fumigação
154	5.5.9 Extração
155	5.5.10 Determinação do Nitrogênio Microbiano
155	5.5.10.1 Cálculo da molaridade exata do ácido sulfúrico
156	5.5.11 Cálculo do Teor de N nos Extratos Fumigados e Não-Fumigados do Solo
156	5.5.12 Cálculo da BMS-N



6 ENXOFRE, CÁLCIO, MAGNÉSIO, SÓDIO, COBRE, FERRO, MANGANÊS, ZINCO, BORO E NITROGÊNIO NO SOLO

161	6.1 DETERMINAÇÃO DO ENXOFRE ($S-SO_4^{-2}$) DISPONÍVEL NO SOLO
161	6.1.1 Método por Turbidimetria
161	6.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
162	6.1.1.2 Procedimento para extração
163	6.1.1.3 Curva de calibração de enxofre
164	6.1.1.4 Procedimento para determinação
164	6.1.1.5 Cálculo
165	6.1.1.6 Interpretação dos resultados
165	6.2 DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO NO SOLO
166	6.2.1 Método Complexométrico com Emprego do EDTA
166	6.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
168	6.2.1.2 Procedimento para extração
168	6.2.1.3 Procedimento para determinação
169	6.2.1.4 Cálculo
169	6.2.1.5 Vantagens e desvantagens do método
169	6.2.2 Método por Espectrometria de Absorção Atômica (EAA)
169	6.2.2.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
170	6.2.2.2 Curva de calibração
170	6.2.2.2.1 <i>Sequência para obtenção da curva</i>
171	6.2.2.3 Procedimento para determinação
171	6.2.2.4 Cálculo
171	6.2.2.5 Interpretação dos resultados
172	6.3 DETERMINAÇÃO DE SÓDIO TROCÁVEL NO SOLO
172	6.3.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes
173	6.3.2 Procedimento para Extração
173	6.3.3 Procedimento para Determinação por Fotometria de Chama
173	6.3.4 Cálculos
173	6.3.5 Cálculo da Concentração
174	6.3.5.1 Cálculo da concentração final
175	6.4 DETERMINAÇÃO DE COBRE, FERRO, MANGANÊS E ZINCO NO SOLO
175	6.4.1 Método por Espectrometria de Absorção Atômica
175	6.4.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes para extração
176	6.4.1.2 Metodologia para preparo dos reagentes para determinação
177	6.4.1.3 Materiais e equipamentos
177	6.4.1.4 Procedimento para extração
177	6.4.1.5 Procedimento para determinação da curva de calibração
178	6.4.1.6 Procedimento para determinação
178	6.4.1.7 Cálculo



178	6.5 DETERMINAÇÃO DE BORO EM SOLOS
179	6.5.1 Método por Espectrometria de Absorção Molecular com Extrator Água Quente
179	6.5.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
179	6.5.1.2 Materiais e equipamentos
180	6.5.1.3 Procedimento para extração
180	6.5.1.4 Procedimento para determinação
180	6.5.1.5 Cálculo
180	6.5.2 Método por Espectrometria de Absorção Molecular
180	6.5.2.1 Metodologia para preparo dos reagentes
181	6.5.2.2 Procedimento para determinação
182	6.5.2.3 Cálculo
182	6.5.2.4 Interpretação dos resultados
182	6.6 DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO TOTAL NO SOLO
183	6.6.1 Materiais e Equipamentos
183	6.6.2 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
185	6.6.3 Procedimento para Determinação do Nitrogênio Total (para Amostras com Baixo Teor de Nitrato)
185	6.6.3.1 Cálculo
186	6.6.4 Procedimento para Determinação do Nitrogênio Total (para Amostras com Alto Teor de Nitrato)
186	6.6.4.1 Cálculo
187	6.7 DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO MINERAL (NITRATO, NITRITO E AMÔNIO) NO SOLO
187	6.7.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes
188	6.7.2 Procedimento para Extração para Determinação de N Mineral ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$)
188	6.7.3 Procedimento para Determinação N Mineral ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) (TEDESCO et al., 1995)
189	6.7.3.1 Cálculo
189	6.7.4 Procedimento para Extração para Determinação de Amônio e Nitrato (SILVA, 2009)
190	6.7.4.1 Cálculo

191 7 ANÁLISE QUÍMICA DE TECIDO VEGETAL

193	7.1 ANÁLISE QUÍMICA
193	7.1.1 Coleta e Preparo da Amostra para Análise
194	7.1.2 Preparo de Extratos para Análise de Tecido Vegetal
194	7.1.2.1 Digestão seca
194	7.1.2.1.1 <i>Materiais e reagentes</i>



195	7.1.2.1.2 Procedimento
195	7.1.2.2 Digestão úmida (sistema aberto)
196	7.1.2.3 Digestão úmida $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1)
197	7.1.2.3.1 Materiais e reagentes
197	7.1.2.3.2 Procedimento
197	7.1.2.4 Digestão $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ (Kjeldahl)
198	7.1.2.4.1 Materiais e reagentes
198	7.1.2.4.2 Procedimento
198	7.1.2.5 Digestão úmida em forno micro-ondas (sistema fechado)
199	7.1.2.5.1 Materiais e reagentes
199	7.1.2.5.2 Procedimento
199	7.1.2.6 Extração com Solução de HCl 1 mol L^{-1} – sem digestão
199	7.1.2.6.1 Procedimento
200	7.2 DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO EM MATERIAL VEGETAL: DIGESTÃO – DESTILAÇÃO – TITULAÇÃO – CÁLCULOS
200	7.2.1 Princípio do Método
201	7.2.2 Determinação de N por Arraste de Vapores em Aparelho Semi-Micro-Kjeldahl (TEDESCO et al., 1995)
202	7.2.2.1 Digestão
202	7.2.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes para digestão
202	7.2.2.1.2 Materiais e equipamentos
202	7.2.2.1.3 Procedimento para digestão
203	7.2.2.1.4 Cálculo
203	7.2.2.2 Destilação
203	7.2.2.2.1 Reagentes para destilação
204	7.2.2.2.2 Procedimento para destilação
204	7.2.2.3 Titulação
204	7.2.2.3.1 Reagentes para titulação
204	7.2.2.3.2 Procedimento para titulação
205	7.2.2.3.3 Cálculo
206	7.2.2.3.4 Metodologia para preparo dos reagentes
206	7.2.2.3.5 Procedimento para destilação e titulação
207	7.2.2.3.6 Cálculo
207	7.2.2.3.7 Interpretação dos resultados
207	7.3 CARBONO EM PLANTAS E RESÍDUOS ORGÂNICOS
208	7.3.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes
208	7.3.2 Procedimento para Extração
209	7.3.3 Procedimento para Determinação
209	7.3.4 Cálculo



211 8 ANÁLISE DE MACRO E MICRONUTRIENTES EM TECIDO VEGETAL

213	8.1 DETERMINAÇÃO DOS PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DOS MACRO E MICRONUTRIENTES EM TECIDO VEGETAL
213	8.1.1 Reagentes para Digestão
213	8.1.2 Procedimento para Digestão (SILVA, 2009)
213	8.1.3 Procedimento para Digestão (TEDESCO et al., 1995)
215	8.2 DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE EM TECIDO VEGETAL
215	8.2.1 Princípio do Método
215	8.2.2 Método Turbidimétrico ou Espectrométrico UV-VIS
215	8.2.2.1 Reagentes
216	8.2.2.2 Procedimento para determinação da curva padrão
216	8.2.2.3 Procedimento para determinação da concentração no extrato vegetal
216	8.2.2.4 Cálculo
217	8.2.2.5 Interpretação dos resultados
217	8.3 DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO EM MATERIAL VEGETAL
217	8.3.1 Princípio do Método
217	8.3.2 Método Espectrofotométrico com Azul de Molibdênio
218	8.3.3 Preparo de Soluções e Reagentes
219	8.3.4 Curva de Calibração de P
219	8.3.4.1 Sequência para construção da curva
220	8.3.5 Determinação
220	8.3.6 Cálculo
220	8.3.7 Interpretação dos Resultados
221	8.4 DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO EM MATERIAL VEGETAL
221	8.4.1 Princípio do Método
221	8.4.2 Método de Espectrofotometria de Absorção Atômica (EAA)
221	8.4.2.1 Materiais e equipamentos
221	8.4.2.2 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções
222	8.4.2.3 Procedimento
222	8.4.2.4 Cálculo
222	8.4.2.5 Interpretação dos resultados
222	8.5 DETERMINAÇÃO DE SÓDIO E POTÁSSIO EM MATERIAL VEGETAL
223	8.5.1 Princípio do Método
223	8.5.2 Equipamento
223	8.5.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
223	8.5.4 Procedimento para Determinação de Potássio
223	8.5.4.1 Cálculo para potássio
224	8.5.5 Procedimento para Determinação de Sódio
224	8.5.5.1 Cálculo para sódio

224	8.5.6 Interpretação dos Resultados
224	8.6 DETERMINAÇÃO DE COBRE EM MATERIAL VEGETAL
224	8.6.1 Princípio do Método
224	8.6.2 Equipamento
225	8.6.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
225	8.6.3.1 Procedimento para determinação de cobre
225	8.6.3.2 Cálculo para cobre
225	8.7 DETERMINAÇÃO DE ZINCO EM MATERIAL VEGETAL
225	8.7.1 Princípio do Método
225	8.7.2 Equipamento
226	8.7.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
226	8.7.4 Procedimento para Determinação do Zinco
226	8.7.5 Cálculo para Zinco
226	8.8 DETERMINAÇÃO DE FERRO EM MATERIAL VEGETAL
226	8.8.1 Princípio do Método
226	8.8.2 Equipamentos
227	8.8.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes
227	8.8.4 Procedimento para Determinação de Ferro
227	8.8.5 Cálculo para Ferro
227	8.9 DETERMINAÇÃO DE MANGANÊS EM MATERIAL VEGETAL
227	8.9.1 Princípio do Método
227	8.9.2 Equipamentos
228	8.9.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções
228	8.9.4 Procedimento para Determinação de Manganês
228	8.9.5 Cálculo para Manganês
228	8.10 DETERMINAÇÃO DE MOLIBDÊNIO EM MATERIAL VEGETAL
228	8.10.1 Princípio do Método
228	8.10.2 Espectrometria de Absorção Atômica
229	8.10.3 Equipamentos
229	8.10.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes
230	8.10.5 Curva Analítica
230	8.10.6 Procedimentos para Determinação do Molibdênio
230	8.10.7 Cálculo
230	8.11 DETERMINAÇÃO DE BORO EM MATERIAL VEGETAL
230	8.11.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes
231	8.11.2 Procedimento para Determinação da Curva Padrão ou da Solução Padrão de Boro
231	8.11.3 Procedimento para Determinação da Concentração no Extrato Vegetal
231	8.11.4 Cálculo
231	8.11.5 Interpretação dos Resultados

233 **REFERÊNCIAS**

249 **SOBRE A AUTORA**



APRESENTAÇÃO





A confiabilidade e a representatividade de qualquer análise ou coleta de dados, em solo, planta e fertilizante dependem da seleção dos locais e da utilização correta das ferramentas e técnicas, bem como de seu preparo em laboratório.

Diante disso, este manual reúne métodos de análise de solo, plantas e fertilizantes, sendo dedicado a estudantes de graduação e pós-graduação, com pouca ou nenhuma experiência nas análises. Aborda princípios de extração, determinação, os equipamentos e cálculo de concentração. As curvas de calibração, limites de detecção, faixa de trabalho, Algarismos significativos e diluições foram incluídos com fins didáticos.

Também apresenta um capítulo destinado àqueles que desconhecem os métodos de preparo de reagentes e soluções, transformação de unidades de concentração, pois algumas metodologias apresentam concentração ainda em normalidade. Aborda métodos de coleta de solo tanto para amostras georreferenciadas como ao acaso. Estabelece métodos para coleta de material vegetal para determinação dos principais constituintes – metabólitos primários – os macro e os micronutrientes. Trata-se de um caráter diferenciado pois, ao abordar a metodologia, também apresenta métodos de construção da curva de calibração para o analito que será determinado, através de demonstração de cálculos, incluindo exemplos com simulação de resultados.

Ciente da importância da abordagem, este manual é composto de oito capítulos, onde estão registradas minhas observações e dificuldades no laboratório, enquanto estudante de pós-graduação, e também estão condensadas informações e dados relativos aos métodos e técnicas de amostragem. Dificuldades, pois, os materiais que consultava, não reuniam informações de coleta, preparo de amostras e análise de material vegetal e solo. Diante disso, procurei reunir as principais metodologias de amostragem de planta e solo, bem como seu preparo, extração por métodos em via seca e via úmida. Além de apresentar, ao final de cada método, uma tabela com níveis de interpretação dos resultados, tanto para solo quanto para material vegetal.

Os dois primeiros capítulos apresentam conceitos sobre amostragem de solo e material vegetal, bem como métodos para determinação de

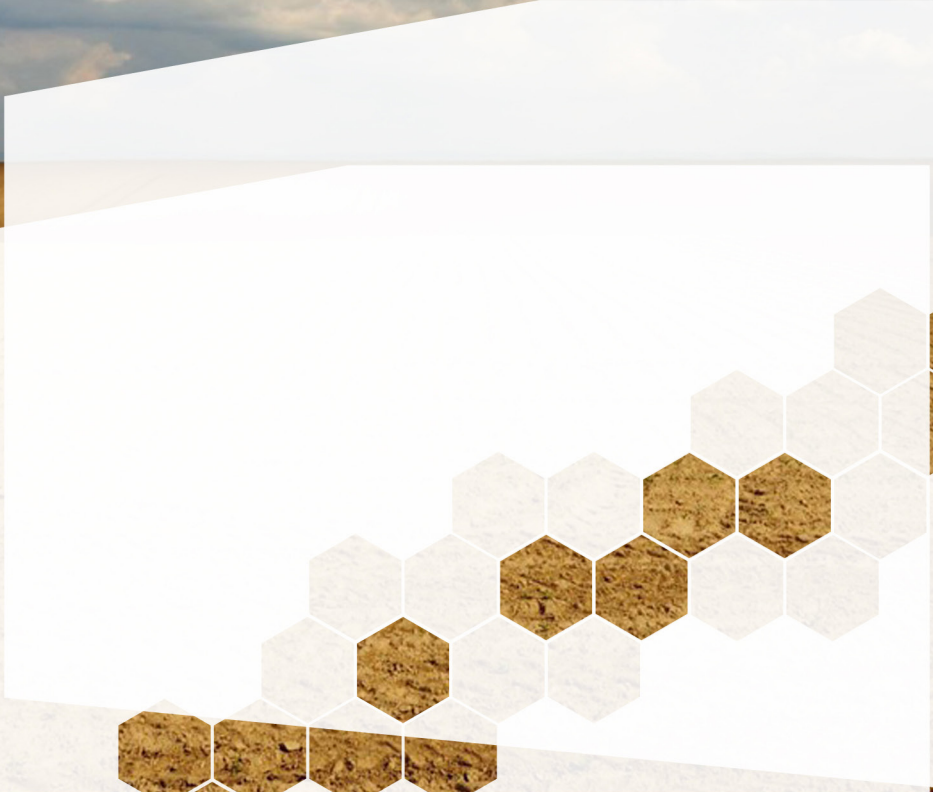
acidez do solo. O capítulo seguinte aborda metodologias de cálculo de concentração nas unidades estabelecidas. Já o quarto, quinto e sexto capítulos abordam a determinação de metais e não metais no solo, matéria orgânica, carbono microbiano e nitrogênio microbiano. Os três últimos capítulos estão destinados às análises em tecido vegetal e análise de macro e micronutrientes.

As principais contribuições estão relacionadas às metodologias de preparo de reagentes, à coleta de material para análise de macro e micronutrientes e à compilação dessas informações. O estudante pesquisador encontrará nesta obra os detalhes que necessita para seu trabalho em campo na hora da coleta e no laboratório relacionado ao preparo, extração e determinação de analitos nas matrizes de interesse. A necessidade de uniformização de metodologias analíticas proporcionou a inspiração para a elaboração deste manual.

A autora

1

AMOSTRAGEM DE SOLO E MATERIAL VEGETAL





1.1 AMOSTRAGEM DO SOLO

É necessário avaliar a fertilidade do solo para caracterizar sua capacidade em fornecer nutrientes para as plantas, identificar a presença de acidez e elementos tóxicos, orientar programas de adubação e correção do solo e escolher espécies ou variedades mais adaptadas ao cultivo em uma determinada área. Para fazê-la, podem ser utilizados métodos químicos, biológicos, plantas nativas indicadoras, desenvolvimento das plantas, coloração do solo, etc. O método de análise química é o mais abrangente e econômico (INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ, 1996).

A análise química de solo teve início quando o homem se interessou em saber como as plantas crescem. Ela é o instrumento básico para a transferência de informações, da pesquisa para o agricultor, sobre calagem e adubação. Pela análise de solo é possível avaliar o índice de disponibilidade dos nutrientes e determinar as quantidades a serem aplicadas nas adubações. A análise de solo visa conhecer o nível de fertilidade para a adequada recomendação de corretivos e fertilizantes com vista à produção e também conhecimento das propriedades físicas para fins de manejo e monitoração (INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ, 1996; SILVA, 2009).

A amostragem constitui a primeira etapa de uma avaliação racional da quantidade de insumos a ser aplicada. Uma amostragem inadequada resulta em análise, interpretação e recomendação equivocadas, podendo causar prejuízos econômicos ao produtor e consequências que degradam o solo, dentre as quais se destaca a lixiviação de nitrato, provocada pelo excesso de adubos nitrogenados.

Os laboratórios não conseguem corrigir nem minimizar os erros cometidos na amostragem, pois esta é uma fase crítica, que deve ser feita com cuidado e ensejar uma interpretação adequada. A análise química não corrige falhas na retirada da amostra. A divisão da área deve ser em talhões ou glebas homogêneas, no máximo de 10 ha, e para cada gleba, coletar amostras separadas; considerando topografia, cor do solo, textura, vegetação natural, sistema agrícola, preparo anterior, adubação, calagem (Figura 1) e outros critérios que façam diferença nos talhões (CRUZ; SILVA, 1998).



Figura 1 – Divisão das áreas de amostragem de solo para análise conforme as diferenças no terreno
Fonte: Mendonça (2010).

Filizola, Gomes e Souza (2006) sugeriram, nos casos de deficiência nutricional na lavoura, coletar uma amostra de solo na área com sintoma e outra na área sem sintoma. Se a amostra não representar, de fato, o talhão, todas as demais decisões e orientações estarão comprometidas. As amostragens de solo podem ser divididas em duas categorias: ao acaso e sistematizada. As amostragens ao acaso referem-se ao método que tem sido recomendado para a agricultura convencional.

A amostragem sistematizada é o sistema recomendado para aplicação das tecnologias da agricultura de precisão, sendo o método mais adequado para estudar a variabilidade espacial das propriedades do solo de uma área, pois a mesma é levada em consideração em todas as direções, sobrepondo uma grade em mapas ou fotografias aéreas, para identificar o local e coletar amostras de solo em cada célula (amostragem ao acaso com várias subamostras, ou pontual).

Para o sistema de semeadura direta, a metodologia para amostragem de solo no Paraná, é recomendado retirar o solo na camada de 0-20 cm,

para determinação de calagem, para elevar a saturação por bases a níveis desejados (CAIRES; BANZATTO; FONSECA, 2000).

1.1.1 Tipos de Amostras de Solo

Os tipos de amostras de solo são:

- a) **amostra simples:** porção coletada em cada ponto do terreno (Figura 2);
- b) **amostra composta ou padrão:** mistura homogênea de várias amostras simples coletadas. Dessa mistura, retiramos cerca de 300 g para enviar para análise laboratorial, que constitui a amostra composta;
- c) **amostra deformada:** porção de solo desagregada, utilizada para determinação de propriedades químicas, granulometria, densidade, etc.;
- d) **amostra indeformada:** porção de solo retirada com amostradores específicos de forma cúbica ou cilíndrica, utilizada para determinar as características físicas do solo, parâmetros de compressibilidade e resistência ao cisalhamento, etc.

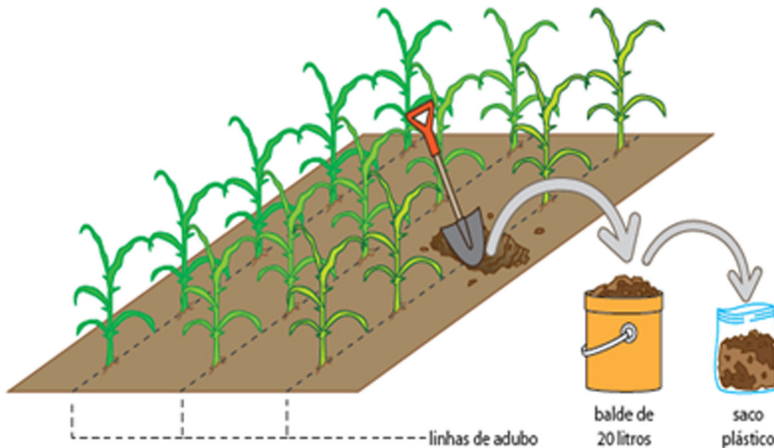


Figura 2 – Coleta de amostra simples para formar amostras compostas em área com manejo sob o sistema de plantio direto

Fonte: Brasil (2009).

Para fins de fertilidade, são utilizadas amostras deformadas e compostas, e, para análises físico-hídricas, são utilizadas amostras indeformadas e simples (COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS, 1989; COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO RIO GRANDE DO SUL E SANTA CATARINA, 2004; SILVA, 2009).

1.1.2 Amostragem para Fins de Fertilidade do Solo

O plano de amostragem (divisão da área em glebas a serem amostradas) deve respeitar: topografia, pois a situação do terreno exerce efeito nas perdas e acúmulo de terra (erosão) e na drenagem, o que constitui um elemento de uniformidade ou não uniformidade do solo, como por exemplo: espigão, encosta, baixada; tipo de solo, este atende a diferentes classificações como latossolo, argissolo (podzólico), vertissolo; cor do solo: roxo, vermelho, amarelo, etc.; textura do solo: argiloso, arenoso, franco-arenoso, etc.; cultura: estado geral, idade, anual ou perene, porta enxerto e adubação e calagem feitas anteriormente (COMISSÃO DA FERTILIDADE DO SOLO DO RIO GRANDE DO SUL E SANTA CATARINA, 2004; SILVA, 2009).

1.1.3 Amostragem ao Acaso

Para que da análise química do solo resulte valor representativo da média dos nutrientes, é necessário que a amostra padrão seja formada por várias amostras simples, conforme a Tabela 1 (exemplo: no mínimo 12 e no máximo 107 amostras simples para formar uma amostra composta ou padrão, independentemente da área, seja 1,0; 5,0; 10,0 e 20,0 ha). Nesse esquema de amostragem, a propriedade ou a área a ser amostrada deve ser dividida em glebas de até 10 ha, numerando-se cada uma delas (Figura 3).

Tabela 1 – Número de amostras de solo necessárias para estimar a média dos nutrientes em função dos níveis de significância

Nutriente	Número de amostras para níveis significativos		
	80%	90%	95%
MO (%)	1	1	1
pH (CaCl ₂)	2	2	2
Al ³⁺ (cmol _c dm ⁻³)	2	4	6
K ⁺ (cmol _c dm ⁻³)	5	10	30
Ca ⁺² (cmol _c dm ⁻³)	11	19	35
Mg ⁺² (cmol _c dm ⁻³)	11	18	25
P (mg dm ⁻³)	12	27	107
V (%)	9	15	21
CTC (cmol _c dm ⁻³)	1	1	1

Fonte: Rajj (1991).

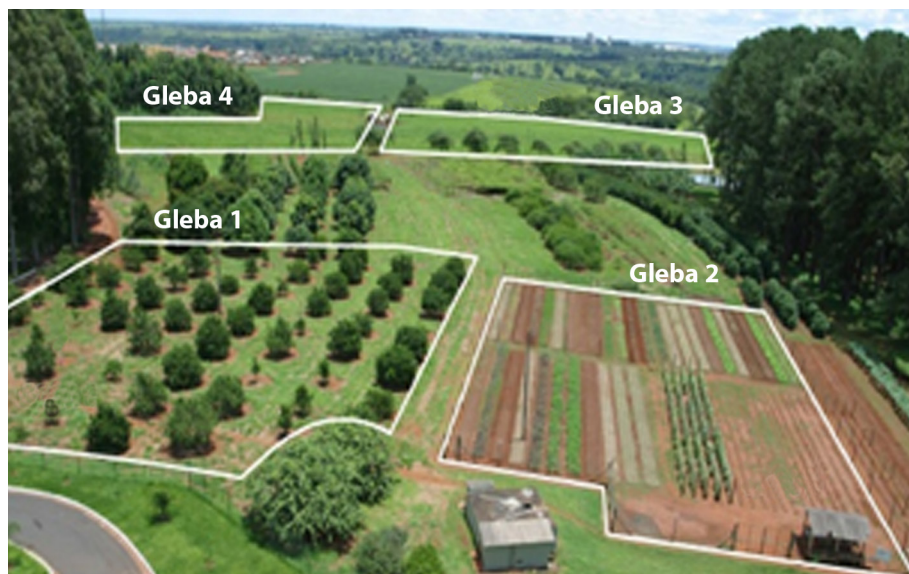


Figura 3 – Amostragem de solo tradicional considerando o relevo e o tipo de solo e cultura para definir áreas homogêneas

Fonte: Mendonça (2010).

As glebas devem ser homogêneas, quanto ao uso anterior, tipo de solo e aspecto geral da vegetação (COMISSÃO DA FERTILIDADE DO SOLO DO RIO GRANDE DO SUL E SANTA CATARINA, 2004; SILVA, 2009).

1.1.4 Amostragem de Solo Georreferenciada ou Sistemática

As ferramentas da tecnologia da agricultura de precisão são meios de gerenciar a variabilidade de atributos de solo na propriedade e subsidiar o aprimoramento do manejo do solo e culturas. O aumento na eficiência dá-se com base no manejo diferenciado, respeitando a variabilidade existente na área (SANTI et al., 2009).

O método mais comum para a amostragem sistemática de solos em uma área é o de sobrepor uma grade quadrada ou retangular em um mapa ou fotografia da área, identificar e dirigir ao local e coletar amostras de solo em cada célula (Figura 3).

Dentro de cada célula, a amostragem pode ser ao acaso, coletando-se várias subamostras (Figura 4), ou pontual, na qual as subamostras são coletadas em um raio de 3 a 6 m de um ponto central.

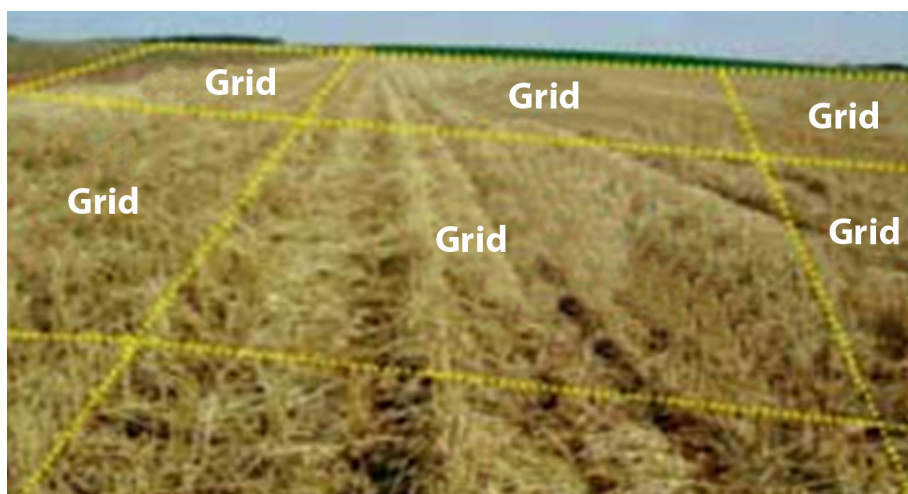


Figura 4 – Amostragem em malha considerando variabilidade espacial em pequenas distâncias visando definir áreas homogêneas

Fonte: Santi et al. (2009).

A recomendação do espaçamento das grades (malhas) para amostragens de solos varia de 60 x 60 m a 135 m x 135 m, em função da resolução desejada (precisão) associada aos custos. As Figuras 5 e 6 representam os pontos amostrais na coleta de solo tradicional e na georreferenciada (SANTI, 2007).

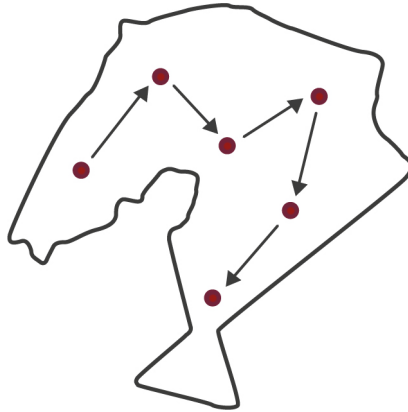


Figura 5 – Pontos de amostragem de solo tradicional
Fonte: Santi et al. (2009).

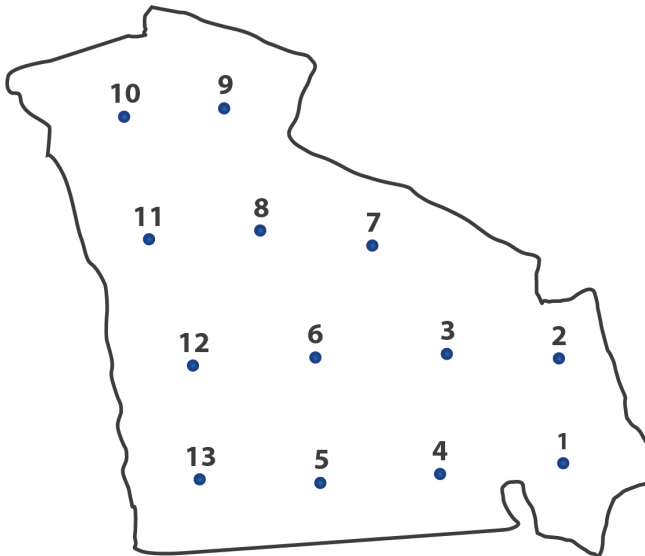


Figura 6 – Área com pontos que representarão 10 amostras simples
Fonte: Mendonça (2010).

1.1.5 Relação Volume da Amostra x Área

Para apontar a importância da coleta, é preciso demonstrar que a amostra que será entregue ao laboratório é muito pequena comparada com a área que ela representa. Para uma área de 10 ha (10.000 m²) considerando-se a profundidade de 20 cm (0,20 m), tem-se: 10 x 10.000 m² x 0,20 m = 20.000 m³. Adotando-se a densidade do solo como 1,0g cm⁻³, obtém-se: 20.000 m³ x 1000 kg m⁻³ = 20.000.000 kg de solo.

Como para análise de fertilidade, a quantidade de amostra composta geralmente enviada ao laboratório é de 300 a 500 g (0,5 kg), verifica-se que: 0,5 kg dividido por 20.000.000 kg é igual a 1 kg dividido por 40.000.000 kg (RAIJ, 1991; COMISSÃO DA FERTILIDADE DO SOLO DO RIO GRANDE DO SUL E SANTA CATARINA, 2004; SILVA, 2009).

1.1.6 Época e Frequência de Amostragem

A amostra de solo pode ser coletada cerca de três a quatro meses antes do plantio, para culturas anuais; para culturas perenes, logo após a colheita. A frequência de amostragem é variável, devendo ser repetida em intervalos que variam de um a quatro anos (dependendo do uso e manejo) e com amostragens anuais em áreas cultivadas intensivamente e com altas produtividades (CARDOSO; FERNANDES; FERNANDES, 2009).

1.1.7 Profundidade de Amostragem

Quando o terreno a ser amostrado estiver plantado, deve-se observar com atenção a profundidade de amostragem, devendo as subamostras ser coletadas todas na mesma profundidade (Figura 7), que varia em função da cultura e da condição do cultivo (Tabela 2) (INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ, 1996).

Uma vez definida a profundidade de amostragem, cada subamostra deverá ter o mesmo volume, a fim de que a amostra composta seja formada por subamostras que apresentem cada uma a mesma porção de solo, condição indispensável para que esta seja representativa da unidade de amostragem. Para ter esse mesmo volume, o prisma (enxada,

pá, faca) e o cilindro (trado) devem ter a mesma superfície na coleta das amostras simples. Em áreas sob preparo convencional (arado de disco e aiveca), preparo mínimo (escarificador, grades, subsolador, pé de pato, etc.), retirar amostra na camada de 0 a 20 cm de profundidade (INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ, 1996).

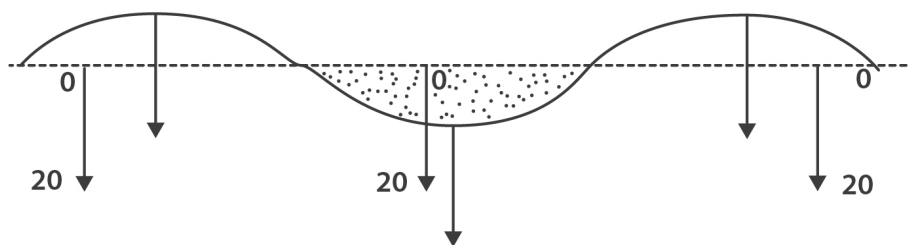


Figura 7 – Profundidade de amostragem em área plantada

Fonte: Siqueira et al. (1987).

Tabela 2 – Profundidade de amostragem para alguns tipos de cultura

Cultura	Profundidade (cm)	Condição
Pastagem	0-7 ou 8, 0-10	-
Anual	0-20	1º cultivo
Anual	0-15 a 20, 0-20; 0-30 e 30-60	Cultivos sucessivos
Perene	0-20 e 20-40; 0-20, 20-40 e 40-60	Implantação
Perene	0-20	Já implantada

Fonte: Siqueira et al. (1987) e Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais (1989).

Para o sistema de plantio direto, pastagens ou integração lavoura-pecuária, onde não há revolvimento do solo e a adubação é em superfície, a amostragem deve ser feita nas profundidades de 0-10 e 10-20 cm (SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO, 2004). As coletas nas profundidades de 20-40 e 40-60 cm permitem detectar barreiras químicas (toxidez por alumínio e deficiência de cálcio) ou físicas (pedregosidade e compactação) que comprometem o crescimento radicular, com consequente restrição à absorção de água e nutrientes (FURTINI NETO et al., 2001).

Usar a primeira para recomendação da adubação e calagem superficial. A segunda para avaliar a necessidade da incorporação em

profundidade, principalmente de calcário e fósforo. Para cultura sensível ao alumínio (trigo), convém retirar amostra na profundidade de 20 a 40 cm para avaliar a acidez do subsolo.

No caso do enxofre e boro, a amostra não deve ser restrita apenas à profundidade de 0 a 20 cm. Devido à movimentação para camadas mais profundas, retirar amostra na profundidade de 20 a 40 cm, para análise (SIQUEIRA et al., 1987; COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS, 1989).

1.1.8 Cuidados na Amostragem

Limpar o local a ser amostrado, retirando restos de plantas, folha e principalmente não remover o solo superficial (Figura 8). Não retirar amostra próxima a casa, sulco de erosão, linha de plantio das culturas, barranco e beira de estrada, árvores, formigueiros, base de terraço ou camalhão do terraço. Colocar as amostras para envio ao laboratório em recipientes limpos, identificando o local da amostra, talhão, lote rural, nome do proprietário, etc. (CARDOSO; FERNANDES; FERNANDES, 2009).

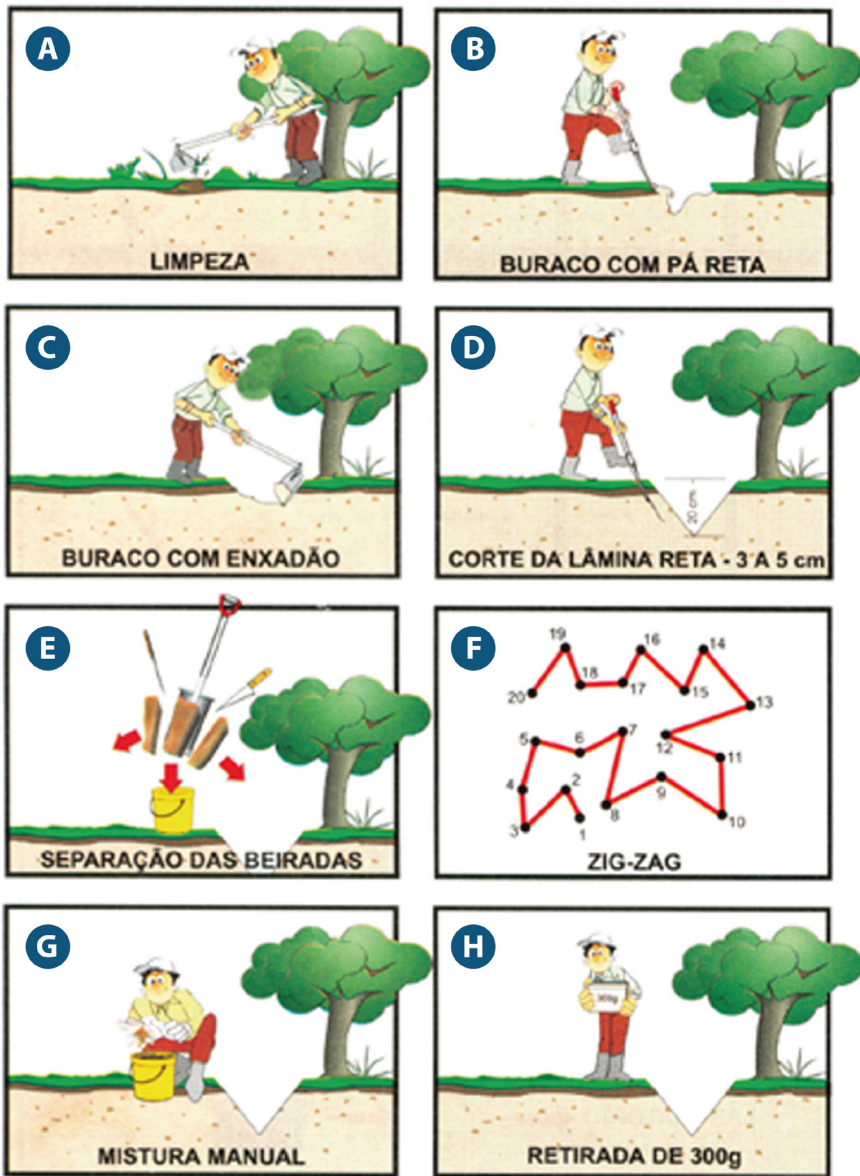


Figura 8 – Sequência de operações na coleta de amostra de solo, utilizando-se enxadão e pá reta (pá-de-corte)
 Fonte: Brasil (2009).

1.1.9 Amostragem de Solo em Sistema de Plantio Direto

Quando as linhas de plantio direto da cultura anterior não são visíveis no campo ou a adubação foi feita a lanço, recomenda-se aumentar o número de subamostras: das 15 a 20 sugeridas para o sistema convencional, passando para 40 ou mesmo 50 por gleba homogênea, intensificando a amostragem.

Quando as linhas de plantio da cultura anterior são visíveis: amostragem dirigida – linha e entrelinha: recomenda-se estratégia de amostragem que estabelece uma relação entre nº de subamostras a serem coletadas na linha e na entrelinha de acordo com o espaçamento da cultura.

Para cada amostra na linha de plantio, coletar: $8 \times [\text{espaçamento da cultura (cm)}/30]$ de subamostras nas entrelinhas.



Exemplo: Soja espaçamento 50 cm, para cada amostra na linha: $8 \times (50/30) = 13$ subamostras nas entrelinhas.



Considerando 30 subamostras por gleba amostrada: coletar 2 subamostras na linha e 26 subamostras nas entrelinhas (BRASIL, 2002).

1.1.10 Materiais Utilizados para Amostragem do Solo

Os materiais utilizados para amostragem do solo são:

- a) trado de rosca, adequado para solo arenoso e úmido (Figura 9a);
- b) trado calador, adequado para solo fofo e ligeiramente úmido (Figura 9b);
- c) trado holandês, adequado em qualquer tipo de solo, exigindo grande esforço físico, conforme (Figura 9c);
- d) pá de corte, adequado para solo úmido e fofo (Figura 9d);
- e) trado caneco, adequado para solo seco e compactado, exigindo pouco esforço físico;
- f) enxadão, adequado para solo seco e compactado;
- g) trado COAMO, especial para amostragem estratificada (plantio direto) (BRASIL, 2002).

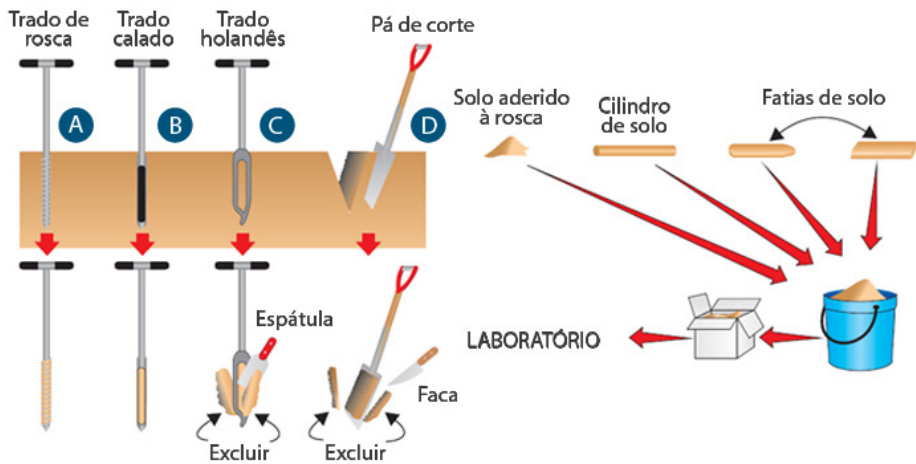


Figura 9 – Equipamentos utilizados para amostragem de solo e como encaminhar amostra para laboratório
Fonte: Brasil (2002).

Segundo Brasil (2002) existe método mais simples. Como um exemplo para a cultura do milho, com espaçamento de 80 cm entre sulcos (Figura 10). Segundo o modelo proposto, $\frac{1}{4}$ (assumindo que a fertilização localizada exerce influência em uma faixa de 20 cm) das amostras simples seriam retiradas no sulco de plantio, e $\frac{3}{4}$ destas entre os sulcos. Deve-se lembrar que nesse caso a adubação foi feita no sulco.

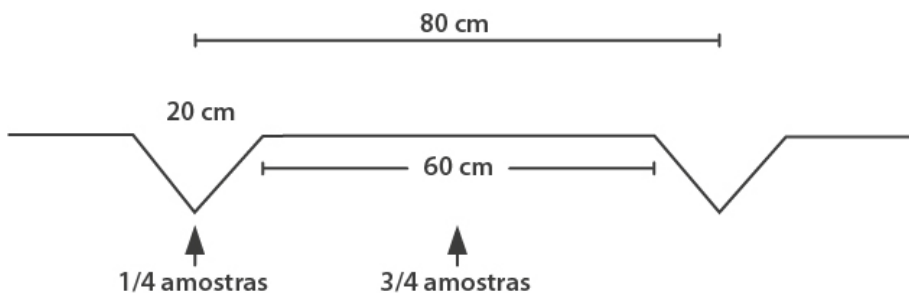


Figura 10 – Distribuição das amostras simples perpendicularmente à linha de plantio
Fonte: Brasil (2002).

Segundo a Comissão de Fertilidade do Solo do Rio Grande do Sul e Santa Catarina (2004), para a amostragem deve-se coletar com pá de corte reto uma fatia (2 a 5 cm de espessura) centralizada na linha da cultura anterior de comprimento equivalente a distância entre linhas.

O número de amostras em função do tempo de adoção do SPD pode ser:

- a) em implantação: 10 a 12 subamostras;
- b) estabilizado: 8 a 10 subamostras.

1.1.11 Amostragem de Solo em Culturas Perenes

Quando realizado antes da implantação da lavoura, fazer a coleta nas camadas: 0 a 20 cm e 20 a 40 cm.

Em lavouras implantadas:

- a) amostrar sob a projeção da copa;
- b) profundidade: 0 a 20 cm (Figura 11);
- c) periodicidade: anual e aproximadamente 60 dias após a última adubação.

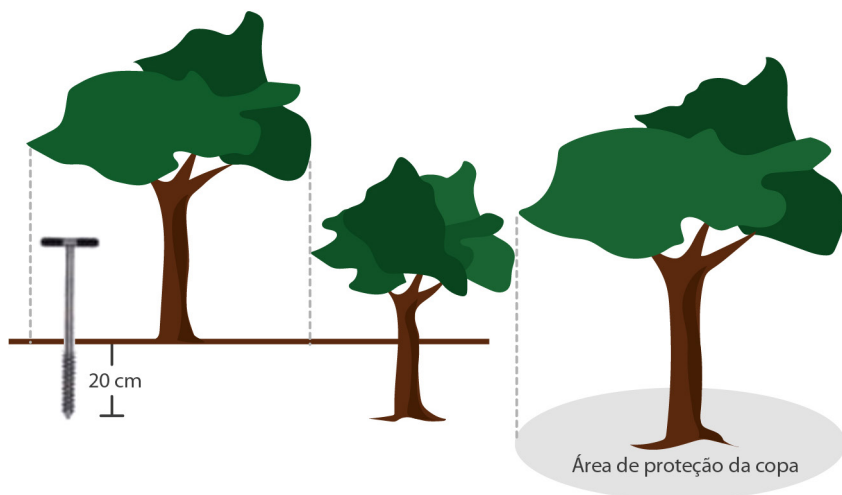


Figura 11 – Áreas de coleta de amostras de solo em culturas perenes

Fonte: Brasil (2002).

Dependendo do objetivo, fazer coletas de amostras em posições diferentes:

- a) de 4 em 4 anos: fazer a amostragem sob a projeção da copa;
- b) profundidade de 20 a 40 cm;
- c) objetivo: acidez e lixiviação de nutrientes.

1.1.12 Amostragem de Solo em Áreas de Pastagens

Realizada com objetivo de reposição de nutrientes em áreas destinadas à sua formação ou recuperação. Coletar amostras entre março a maio para forrageiras de verão e entre outubro a dezembro para pastagens de inverno. Amostrar de 10 a 15 pontos evitando locais próximos a cercas, cochos de sal, bebedouro, árvores, áreas erodidas.

Em capineiras, realizar amostragem nas entrelinhas, pois é o local onde serão feitas as adubações. A profundidade de amostragem será de 0-10 cm, porque as adubações e aplicações de corretivos são feitas a lanço. Para pastagens e capineiras degradadas com alta incidência de invasoras e exigem reforma: 0-20 cm. A frequência de amostragem depende da espécie forrageira, manejo e nível tecnológico.

A amostragem anual é recomendada para espécies exigentes e sob pastoreio (capim colônia, grama estrela, napier, alfafa, tifton, capim pioneiro, etc.). E amostragem com intervalos de 2 a 3 anos em áreas com forragem menos exigente como braquiárias (decumbens, humidícola) andropogon, capim gordura, etc. (BRASIL, 2002).

1.2 COLETA DE SOLO E MATERIAL VEGETAL PARA ANÁLISE MICROBIOLÓGICA (NEMATOLÓGICA)

Para a determinação de parâmetros biológicos, as amostras de solo devem ser coletadas com instrumental esterilizado ou desinfetado. O solo com umidade natural deve ser acondicionado em sacos plásticos firmemente amarrados e conservados em geladeira. Em seguida levar as amostras para o laboratório, preferencialmente dentro de 24 h ou o mais rápido possível.

Para Filizola, Gomes e Souza (2006), as amostras de solo para quantificação de esporos de fungos micorrízicos arbusculares serão mais bem preservadas se o solo estiver bem seco. Amostras de raízes ou de outras partes de plantas devem ser extraídas, lavadas com água corrente e deixadas para uma secagem rápida à sombra. Depois acondicionar em sacos plásticos bem amarrados e manter em geladeira. As amostras devem ser enviadas rapidamente ao laboratório após a sua coleta, de preferência acondicionadas em geladeira e levadas através de um portador. Pelo correio recomenda-se usar caixas de isopor para evitar aquecimento.

Os fitonematóides são pequenos vermes que parasitam as plantas, sendo vistos apenas com o auxílio de um microscópio devido ao seu tamanho reduzido (<1mm). Estes organismos, na grande maioria, infectam as raízes da planta hospedeira, sugam os nutrientes, causando o enfraquecimento e até mesmo a morte em condições extremas. Os danos causados por nematóides nas diferentes culturas são em torno de 12%. Entretanto, os prejuízos podem chegar a perda total, dependendo da espécie do nematóide e da planta (CARDOSO; TSAI; NEVES, 1992).

Entre os principais métodos de controle destes organismos, o uso de rotação de culturas e variedades resistentes são as medidas mais eficientes e baratas aos agricultores. A aquisição de mudas sadias (livres de nematóides fitoparasitas) e o plantio da cultura em área livre do parasita ou em locais onde suas populações estão baixas, constituem formas importantes para prevenir a entrada do patógeno no local de plantio e ou conviver com o problema. Para adotar qualquer uma dessas medidas, é importante conhecer quais espécies e níveis populacionais de nematóides ocorrem na área onde o pomar/cultura será estabelecido(s). Portanto, para ter estas informações é necessário que seja feita uma análise nematológica do solo e/ou material vegetal em laboratório especializado. A amostragem correta é fundamental na obtenção e interpretação dos resultados. Cada situação requer a adoção de cuidados especiais (FILIZOLA; GOMES; SOUZA, 2006).

1.2.1 Coleta de Amostras de Solo e Raízes para Análise Nematológica

Os cuidados e procedimentos na coleta de amostras de solo e de raízes devem ser:

- a) coleta de solo: umidade natural do solo (aproximadamente 60% capacidade campo), evitar que elas cheguem secas ao laboratório, nematóides não sobrevivem em solo e raízes secos;
- b) os equipamentos utilizados são: enxadão, trado ou enxada, e sacos plásticos para acondicionar a amostra;
- c) a área deve ser amostrada em ziguezague e abrindo o solo em forma de V, da superfície até 25 a 30 cm de profundidade, que deve ser colocada em baldes ou diretamente no saco plástico;

- d) para culturas anuais, como milho, soja, algodão, etc., tomar no mínimo dez subamostras por hectare. Coletar na zona de raízes, incluindo, sempre que possível, raízes na amostra;
- e) para culturas perenes, como café, citros, figo, etc., coletar no mínimo 10 subamostras por hectare, nos quadrantes norte, sul, leste e oeste, na projeção da copa, incluindo raízes, se possível;
- f) em focos ou reboleiras, amostrar as zonas que apresentam sintomas fortes, médios e sem sintomas;
- g) em viveiros de mudas (café, citros, seringueira, etc.) coletar aleatoriamente, no mínimo 5 mudas para cada lote de 1000 mudas, tomando parte do solo e radícula de cada uma (sem destruí-las) e colocar em um balde;
- h) todas as subamostras coletadas devem ser homogeneizadas, para a seguir compor uma amostra composta, de no mínimo 0,50 kg de solo e em torno de 0,001 kg de radículas, embalar em sacos plásticos fechados – para evitar perda de umidade – devidamente identificados com local, data da coleta, proprietário, cultura e outros dados que julgar necessários;
- i) não deixar as amostras expostas ao sol, ou em local aquecido. Se precisar armazenar por algum tempo, colocar na parte inferior de uma geladeira (AGROLAB, 2010).

Os sintomas de uma área com lesões por incidência de nematoides, pode ser verificada na Figura 12.

Na instalação de pomares, coletar após a aração/gradagem:

- a) acondicionamento da amostra em saco plástico e envio a um laboratório de nematologia;
- b) na impossibilidade do envio imediato, guardar a(s) amostra(s) na geladeira;
- c) percorrer a área em zigue-zague (Figura 13a) coletando uma porção do solo (trado/pá/enxada) até 20-30 cm profundidade (Figura 13b);
- d) coletar de 15 a 20 subamostras por hectare, juntamente com raízes da presente cultura e/ou plantas daninhas que podem ser hospedeiras de nematóides (Figura 13c);

- e) misturar as subamostras para obter uma amostra composta/ha contendo 1000 g solo e 100 g raízes;
- f) acondicionar a(s) amostra(s) em saco plástico e proteger da luz do sol;
- g) manchas em reboleira: áreas com plantas debilitadas, coletar amostra de solo/radicelas separadamente e identificar;
- h) enviar imediatamente o material propriamente acondicionado para um laboratório de nematologia (AGROLAB, 2010).



Figura 12 – Representação de área com lesões fortes, médio e sem sintoma de incidência de nematóides na cultura da soja

Fonte: Adaptado de Fundação MT (2011).

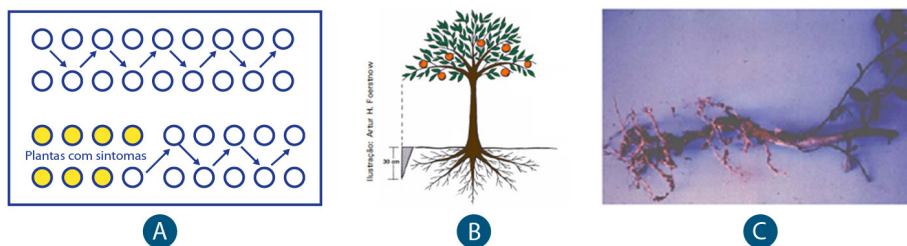


Figura 13 – Amostragem de coleta de solo e raízes

Fonte: Filizola, Gomes e Souza (2006).

Nos viveiros/mudas:

- a) para cada 1000 mudas no viveiro, coletar, aleatoriamente, 10 plantas com solo aderido à raiz;
- b) amostra composta: 500 g solo e 10 mudas;
- c) identificar a amostra e enviar imediatamente ao laboratório.

Nos pomares estabelecidos:

- a) coletar na época de franco desenvolvimento da cultura;
- b) amostrar na região da copa da planta, coletando-se solo e raízes;
- c) retirar, ao acaso, 15-20 subamostras (solo e raiz) ha^{-1} para cada amostra composta;
- d) manchas/reboleiras contendo plantas raquíticas, debilitadas ou mortas, coletar separadamente;
- e) identificar a(s) amostra(s), acondicioná-las e enviar imediatamente ao laboratório (FILIZOLA; GOMES; SOUZA, 2006).

1.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE SOLO PARA ANÁLISE DE FERTILIDADE EM LABORATÓRIO

Após identificação da amostra em laboratório, faz-se a secagem (65°C por 24 h), destorroamento, separação das frações do solo por tamização (peneiração) e homogeneização da fração menor que 2 mm, obtendo-se a **terra fina seca ao ar** (TFSA), que é usada para as determinações. Caso não disponha de estufa, podem ser secas ao ar, separadas de materiais vegetais e pedras, homogeneizadas, moídas e peneiradas em peneiras de 2 mm (10 mesh) para análises químicas e físicas e em peneiras a 0,25 mm (60 mesh) para análises isotópicas (Figura 14). Também pode ser usado moinho do tipo martelo para preparo das amostras.



Figura 14 – Preparo das amostras de solo para análise
 Fonte: Laborsolo (2015).

1.4 AMOSTRAGEM DE TECIDO VEGETAL OU MATERIAL VEGETAL PARA DIAGNOSE FOLIAR

A diagnose foliar é um método de avaliação do estado nutricional das culturas em que se analisam determinadas folhas em períodos definidos da vida da planta. O motivo pelo qual analisam-se as folhas é conhecido: elas são os órgãos que, como regra geral, refletem melhor o estado nutricional, isto é, respondem mais às variações no suprimento de M, seja pelo solo, seja pelo adubo. A diagnose foliar consiste, pois, em analisar o solo usando a planta como solução extratora (BRASIL, 2004b).

A diagnose foliar tem várias aplicações:

- a) avaliação do estado nutricional;
- b) identificação de deficiências que provocam sintomas semelhantes, dificultando ou impossibilitando a diagnose visual;
- c) avaliação da necessidade de adubos ou ajustes no programa de adubação.

A diagnose foliar exige um rigor na amostragem maior que o aceito na análise de solos: as chamadas classes de fertilidade de solo, isto é, faixas de variação no teor disponível consideradas **baixa**, **média** ou **alta**, admitem

às vezes variações da ordem de 100% quando usadas na determinação das doses de adubos a usar (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997).

A folha é o órgão que reflete melhor o estado nutricional, não é qualquer folha que o faz: como regra, colhe-se para análise folha recém-madura numa época dada da vida da planta.

Às vezes é preciso usar uma solução de compromisso na época da amostragem, colhendo as folhas antes ou depois, momento em que é máxima a diferença entre teores encontrados nas folhas das plantas altamente produtivas e as outras com colheita potencial média ou baixa. Isso se faz para ter tempo de corrigir a deficiência no próprio ano agrícola, sem ter que esperar o ano seguinte. A Tabela 3 apresenta a época mais adequada para algumas culturas, bem como o número de folhas e o local da coleta (QUAGGIO, 1986; MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997; RAIJ, 1991).

Tabela 3 – Coleta de amostras para algumas culturas

(continua)

Cultura	Época	Tipo de folha	Número de folhas ha¹
Cenoura	Meio do ciclo	Nervura principal da folha recém-madura	40
Citros	Verão	Folhas do ciclo da primavera de ramos frutíferos, frutos com 2-4 cm de diâmetro, 3ª ou 4ª folha a partir do fruto	20
Eucalipto	Verão-outono	Recém-maduras, ramos primários	18
Feijões	Início da floração	Primeira folha amadurecida a partir da ponta do ramo	30
Figo	Primavera (florescimento)	Folhas mais novas totalmente expandidas, ao sol, ramos sem frutos	40
Goiabeira	Um mês depois de terminar o crescimento dos ramos	4º par, ramos terminais sem frutos	30
Gramíneas	Primavera-verão	Recém-maduras ou toda a parte aérea	30
Leguminosas	Primavera-verão	Florescimento	30

Tabela 3 – Coleta de amostras para algumas culturas

(conclusão)

Cultura	Época	Tipo de folha	Número de folhas ha ⁻¹
Macieira	Primavera-verão	Inteiras, com pecíolos, na parte mediana de ramos do ano	100 folhas de 25 plantas
Mamoeiro	Florescimento	Folha F na axila com a primeira flor completamente expandida	18
Mandioca	3-4 meses de idade	Primeira folha recém-madura	30
Milho	Aparecimento da inflorescência feminina (cabelo)	Folha oposta e abaixo da espiga	30
Pessegueiro	Verão	Recém-amadurecidas, do crescimento do ano	100 folhas de 25 plantas
Pinus	Verão-outono	Recém-maduras, primárias	18
Repolho	Formação da cabeça	Nervura principal da folha envolvente	40
Seringueira	Verão-outono	3-4 folhas recém maduras, à sombra, na base do terço superior da copa	6
Soja	Final do florescimento	1ª folha amadurecida a partir da ponta do ramo, pecíolo excluído	30
Tomateiro	Florescimento pleno ou primeiro fruto maduro	4ª folha a partir da ponta	40
Trigo	Início do florescimento	1ª a 4ª folhas a contar da ponta	30
Videira	Final do florescimento	Na base do primeiro cacho	30-60

Fonte: Malavolta, Vitti e Oliveira (1997).

1.4.1 Procedimentos para Coleta de Folhas de Algumas Culturas

A amostragem foliar requer procedimentos, como: época e idade da planta, posição da folha na haste, número de amostras por planta e por gleba e, ainda, envio da amostra ao laboratório. As amostras devem estar livres de quaisquer danos ocasionados por pragas e doenças e injúrias climáticas. Colhidas as folhas em quantidades suficientes, estas devem ser acondicionadas em sacos de papel, etiquetadas e enviadas ao laboratório

ainda frescas. Se isso não for possível, deixar as folhas secarem, sobre jornais secos e limpos em local arejado (SOLOQUÍMICA, 2015).

1.4.1.1 Café

Realizar a amostragem de ramos frutíferos no início do verão (dezembro-janeiro), de talhões homogêneos, amostrando 50 plantas, duas folhas por planta, estando as plantas com frutos com tamanho de **chumbinho**; retirar o 3º par de folhas (1º par de folhas com mais de 3 cm) a partir do ápice do ramo; retirar 4 folhas por planta nos quatro quadrantes, amostrando 25 plantas ha⁻¹, a meia altura da planta (Figura 15). Coletar número igual de folhas, de cada um dos lados das linhas do cafeeiro. Plantas anômalas devem ser amostradas à parte. Para a interpretação de resultados realistas não deve ser feita aplicação de fertilizantes foliares no ano agrícola, até a retirada das folhas para análise (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997).



Figura 15 – Terceiro par de folhas a ser amostrado no cafeeiro
Fonte: Dias Junior (2012).

1.4.1.2 Citros

Realizar a amostragem nas folhas geradas na primavera, com cerca de 6 meses de idade, nos ramos com frutos de 2 a 4 cm de diâmetro, aproximadamente, nos meses de fevereiro a abril; amostrar folhas com pecíolo; retirar 4 folhas por planta nos quatro quadrantes da planta amostrando cerca de 25 plantas, e meia altura da planta, conforme Figura 16.

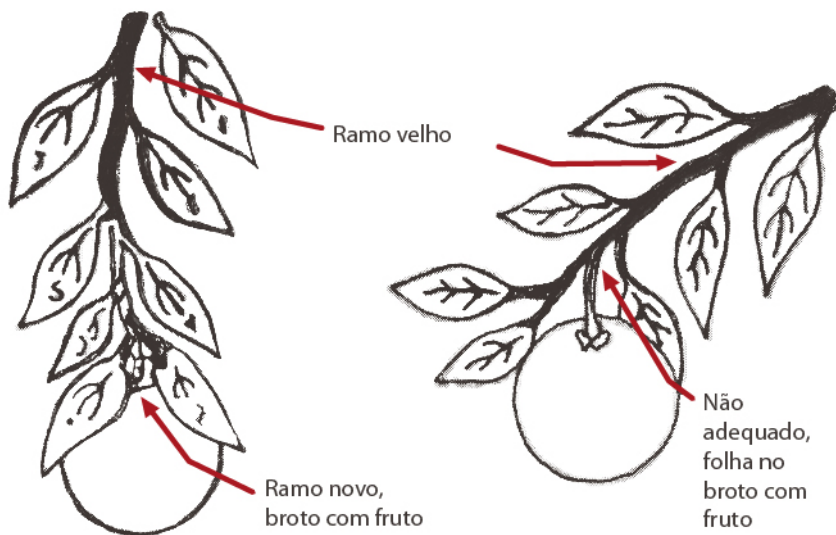


Figura 16 – Folha a ser amostrada na planta de citros
 Fonte: Malavolta et al. (1994).

1.4.1.3 Cana-de-açúcar

Coletar a folha mais alta, ou seja, a primeira folha com **colarinho** visível (folha TVD); utilizar os 20 cm centrais da folha, desprezando-se a nervura central; para a cana planta, coletar a folha aproximadamente 6 meses após a germinação, para cana soca coletar a folha aproximadamente 4 meses após o corte; retirar os 20 cm centrais da folha +1 (folha mais alta com colarinho visível TDR) excluindo a nervura central; coletar cerca de 30 plantas ha⁻¹, conforme Figura 17.

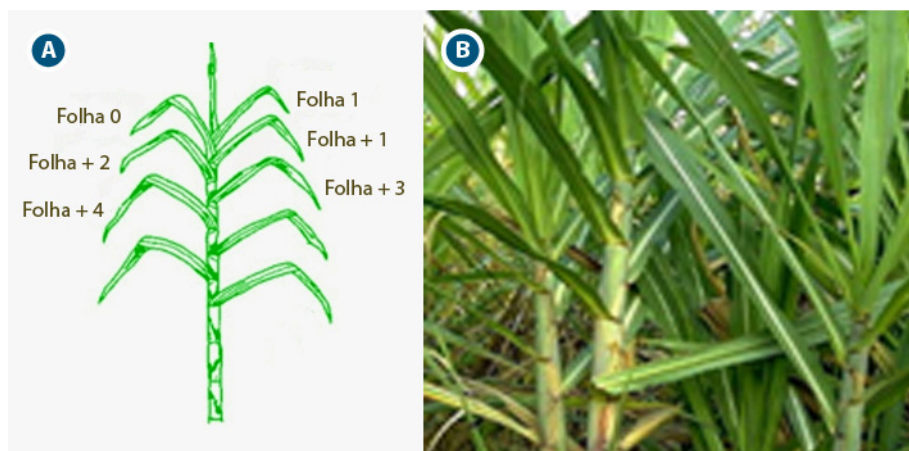


Figura 17 – Folha que deve ser coletada na cana de açúcar
 Fonte: A: Rossetto (2017 apud Dillewijn, 2012) e B: Arantes (2017).

1.4.1.4 Soja

Recomenda-se coletar a 3ª folha (3º trifólio desenvolvido), com pecíolo, conforme Figura 18.



Figura 18 – Folha a ser amostrada na planta de soja
 Fonte: Castro (2017).

1.4.1.5 Milho

A folha que deve ser retirada para fins de análise foliar na cultura do milho é a oposta e abaixo da espiga superior, considerando-se o terço médio, excluindo-se a nervura central (Figura 19). A época ideal de coleta corresponde ao aparecimento da inflorescência feminina.



Figura 19 – Folha a ser amostrada na planta do milho
Fonte: Meneghetti (2010).

1.4.1.6 Algodão

Coleta-se a 5ª folha da haste principal (Figura 20). Não considerar as folhas do capulho.



Figura 20 – Folha a ser amostrada na cultura do algodão
Fonte: Ciência do Solo (2017).

1.4.1.7 Trigo

Coletar no mínimo 50 folhas bandeiras por hectare, no início do florescimento. Folha amostrada no trigo (folha bandeira) (Figura 21).

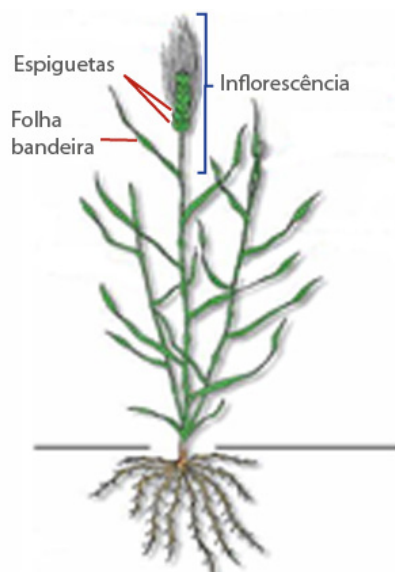


Figura 21 – Folha a ser amostrada na cultura do trigo
Fonte: Marchioro (2008).

1.4.1.8 Pastagem

Coletar a parte que simula o pastejo do animal (brotação nova e folhas verdes), durante a fase de crescimento ativo, de novembro a fevereiro, conforme Figura 22.



Figura 22 – Partes a ser amostradas
Fonte: Sementes Oeste Paulista (2017).

1.5 COLETA DE FERTILIZANTE SÓLIDO E CORRETIVO

A amostra precisa ser homogênea para que o produto seja representativo, deve ser feita com sonda dupla perfurada de ponte cônica, tomando-se frações retiradas do mesmo que serão reunidas, homogeneizadas e quarteadas (ALCARDE; GUIDOLIN; LOPES, 1998).

1.5.1 Procedimentos para Coleta de Amostras

Nos produtos ensacados, a embalagem deve ser tombada pelo menos quatro vezes até homogeneização do produto. Posteriormente, com o uso de uma sonda (tubo duplo perfurado com a ponta cônica), retirar frações de cada saco a ser amostrado, inserindo totalmente a sonda fechada, na diagonal,

abrindo a sonda dentro do saco para que o produto caia pelos furos; em seguida, fechá-la e retirá-la (Figura 23).

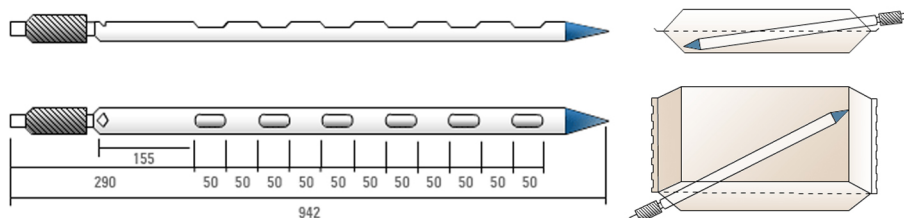


Figura 23 – Sonda para amostragem de corretivos agrícolas e procedimento de amostragem de produto ensacado
Fonte: Península Fertilizantes (2017).

O produto a ser amostrado deverá ser coletado de sacos escolhidos ao acaso, para que a amostra seja representativa do lote. O número de subamostras será estabelecido pela Tabela 4 (QUAGGIO, 1986).

Tabela 4 – Número de sacos a serem amostrados em função do tamanho do lote

Tamanho do lote	Número mínimo de sacos amostrados
Até 10	Totalidade
11 a 50	10
51 a 100	20
Superior a 100 até 2000	20 mais 2% da totalidade
Superior a 2000	Dividir em lotes de 2000

Fonte: REHAGRO Ensino (2017).

O mesmo procedimento deverá ser realizado em todos os sacos a serem amostrados com o cuidado para que o produto amostrado seja coletado em sacos escolhidos ao acaso, para a amostra ser representativa do lote.

Nos produtos a granel, a sonda deve ser introduzida sempre que possível verticalmente, até sua altura total, retirar; em lotes de até 100 t, no mínimo dez porções em pontos diferentes, escolhidos ao acaso, de maneira que a amostra seja representativa de todo o lote. Em lotes superiores a 100 t, deverão ser retiradas 10 porções, mais cinco para cada 100 toneladas.

Já na coleta de amostras para produtos em embalagens maiores que 60 kg (*big-bag*), a sonda deve ser inserida verticalmente em três pontos diferentes em cada embalagem. Quando o lote ou partida for superior a duzentas unidades, este deverá ser subdividido em lotes ou partida de

duzentas embalagens ou fração. O número de embalagens está definido na Tabela 5 (QUAGGIO, 1986).

Tabela 5 – Número de embalagens a serem amostrados em função do tamanho do lote

Tamanho do lote ou partida	Nº mínimo de embalagens amostradas
Até 10	Todas
11 a 50	10
51 a 100	20
Superior a 100 até 200	20 mais 2% da totalidade

Fonte: Península Fertilizantes (2017).

1.5.2 Procedimentos para Preparo das Amostras

As porções de amostra coletadas deverão ser colocadas em recipiente limpo e seco, e homogeneizadas convenientemente, após o que será quarteada, visando obter quatro partes homogêneas da amostra, de aproximadamente 250 g. A quarteação pode ser realizada manualmente ou por quarteador tipo Jones (VIEIRA; SILVA, 2009).

Na quarteação manual deposita-se a amostra em uma superfície lisa e limpa e, com o auxílio de uma régua, divide-se o produto em quatro partes iguais (ângulos retos). Escolhe-se duas partes opostas 2 e 4, descartando-se as outras duas (1 e 3), a seguir homogeneizam-se as partes escolhidas, repetindo a operação quantas vezes for necessário até obter uma amostra em torno de 1 a 1,2 kg, para finalmente quartear o volume em 4 partes homogêneas de aproximadamente 250 g cada uma (Figura 24).

No quarteador de Jones usa-se um quarteador do tipo Jones. O equipamento deverá possuir, no mínimo, oito vãos de abertura, com largura mínima de 15 mm cada. O produto amostrado deverá ser depositado em uma das bandejas do equipamento (Figura 24), para em seguida ser despejado sobre o quarteador. O conteúdo será recebido por duas bandejas coletoras, desprezando o conteúdo de uma em cada duas bandejas, e repetir a operação de quarteação até reduzir o produto a uma quantidade de 1 a 1,2 kg nas duas bandejas, que serão quarteadas em separado de modo a se obter quatro partes homogêneas de aproximadamente 250 g cada. Essas quatro amostras deverão

ser representativas do lote amostrado e deverão, depois de identificadas, ser enviadas ao laboratório para serem submetidas à análise (VIEIRA; SILVA, 2009).



Figura 24 – Amostra quarteada manualmente e quarteador de Jones
 Fonte: Na sala com Gismonti (2009).

A Legislação Brasileira de fertilizantes prevê tolerâncias (Tabela 6) – desvios admissíveis entre o valor encontrado na análise de um elemento químico ou outro componente do produto e o seu valor declarado garantido – entre o resultado da análise do fertilizante e a garantia expressa pelo fabricante da matéria-prima, fertilizantes simples, e formulações que forem comercializadas no território nacional (BRASIL, 2004a).

Tabela 6 – Tolerâncias admissíveis na análise de um elemento e sua garantia ou valor declarado

Garantia do elemento (%)	Tolerância máxima (%)
Até 5%	15
>5 a 40	10 (sem exceder 1 unidade)
>40	10 (sem exceder 1,5 unidades)
Soma garantia total	5
NPK, NP, NK, PK	(sem exceder 2 unidades)
Mistura granulada	5
Micronutrientes	
a) em misturas:	
Até 1	20
>1-5	15
>5	10
b) isolados	10 (sem exceder 1 unidade)

Fonte: Brasil (2004a).



2

ACIDEZ DO SOLO





2.1 ACIDEZ DO SOLO

A reação do solo é o primeiro fator que precisa ser conhecido em uma área a ser cultivada. Isso porque, caso ela não seja favorável às culturas, devem ser tomadas medidas corretivas com antecedência. A condição desfavorável de reação do solo mais comum nos solos brasileiros é a acidez excessiva, assim a correção dos solos pela calagem é uma prática fundamental, nas condições em que as culturas respondem a essa atividade (QUAGGIO, 1986; RAIJ, 1991). Existem, atualmente, técnicas seguras para caracterizar a acidez dos solos e para avaliar a necessidade de calagem, permitindo dimensionar as quantidades de corretivos para a exigência diferenciada de culturas (RIBEIRO; GUIMARÃES; ALVAREZ, 1999).

2.1.1 Conceitos e Componentes da Acidez

Do ponto de vista químico, ácidos são substâncias que, em solução, liberam prótons (íons hidrogênio). Ao contrário, bases são substâncias capazes de receber prótons. Em solos, os sistemas de interesse são em geral aquosos e pode-se utilizar, com vantagem, as expressões em íons hidrogênio (H^+) e hidróxido (OH^-). A dissociação de um ácido em solução pode ser representada por: $HA \rightleftharpoons H^+ + A^-$ (ALCARDE, 2005; MEURER, 2010).

O ácido HA dissocia-se no cátion H^+ e no ânion (simbólico) A^- – ácidos fortes dissociam-se completamente – enquanto os ácidos fracos dissociam-se pouco. Em condições normais, a reação ácida do solo tende a ser similar à dos ácidos fracos. Nem todos os H^+ do solo estão em solução (dissociáveis), ao contrário, estão em pequena quantidade, pois a grande reserva está adsorvida no complexo de troca (BOHNEN, 2000; SUMNER, 1997).

O fato de ácidos fracos se dissociarem pouco ocorre em soluções concentrações muito baixas, tão baixas que seria difícil representá-las na notação de frações decimais. O conceito de pH, introduzido para representar concentrações efetivas (do íon H^+) muito baixas de íons hidrogênio, é definido por:

$$pH = -\log (H)^+ = \log \frac{1}{(H)^+} \quad (\text{MALAVOLTA, 1981; MEURER, 2010}).$$

Como exemplo, uma concentração 0,00001 mol L⁻¹ ou 10⁻⁵ mol L⁻¹ de H⁺ corresponderia a:

$$\text{pH} = \log \frac{1}{10^{-5}} \Rightarrow \text{pH} = \log 10^5 \Rightarrow \text{pH} = 5$$

A escala de pH varia de 0 a 14. Em solos, podem ser encontrados valores de menos de 3 até cerca de 9, embora os valores mais comuns ocorram na faixa intermediária.

2.1.2 Reações do Solo

As reações do solo podem ser:

- reação ácida (pH < 7,0):** em solos distribuídos nas regiões de alta pluviosidade, os elementos alcalinos Na, Ca, Mg, K, são lixiviados e substituídos por íons H⁺ e Al³⁺;
- reação básica (pH > 7,0):** em solos distribuídos nas regiões áridas (evapotranspiração maior que precipitação), ocorrem condições favoráveis para o acúmulo de elementos alcalinos na solução do solo, e um predomínio de íons OH⁻ sobre os íons H⁺;
- reação neutra (pH = 7,0):** em solos normais, os valores de pH geralmente encontram-se no intervalo de 4,0 a 7,0 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA PARA PESQUISA DA POTASSA E DO FOSFATO, 1998).

2.1.3 Tipos de Acidez (Acidez Ativa e Potencial)

Os solos apresentam diversos componentes que possuem a propriedade de troca iônica. Essa capacidade de troca de cátions dos solos é contrabalançada, em parte, por cátions trocáveis, existindo também grupamentos ionogênicos (posições na estrutura sólida que apresentam ou podem liberar cargas elétricas negativas) ocupados por hidrogênio não dissociado. Os tipos de acidez do solo são os seguintes (RAIJ; QUAGGIO, 1997):

- acidez ativa;
- acidez potencial (trocável e não trocável).

2.1.3.1 Acidez ativa (H^+ na solução no solo)

É a acidez devida à concentração de íons de hidrogênio (H^+) que se encontram livres ou dissociados na solução do solo, fase líquida (Figura 25).

A determinação mais comum em amostras de solo é a que estima a atividade do íon H^+ , o pH. Determina-se a atividade dos íons H^+ em suspensão com água ou solução salina.

A acidez ativa é medida pelo pH. Por exemplo:

$$pH = 6,0 [H^+] = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1} H^+$$

Como ela representa íons na fase líquida, a atividade de H^+ muito baixa, como por exemplo, $pH_{CaCl_2} = 4,0$ que corresponderia a uma atividade de íons H^+ na fase líquida igual a $0,0001 \text{ mol L}^{-1}$ (QUAGGIO, 1986; RAIJ et al., 2001; MEURER, 2010).

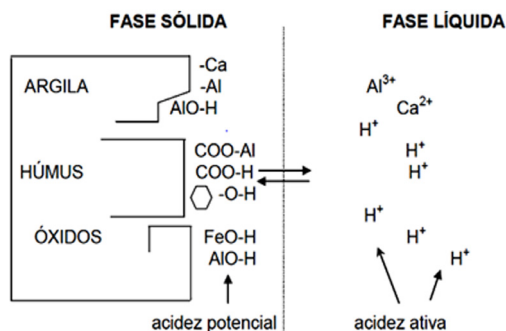


Figura 25 – Representação esquemática da acidez potencial e da acidez ativa do solo
Fonte: Adaptado de Quaggio (1986).

2.1.3.1.1 Métodos de determinação da acidez ativa

O **método colorimétrico** baseia-se na capacidade de certas substâncias químicas (compostos orgânicos ou alcalinos fracos) de desenvolver uma coloração conhecida, de acordo com o pH da solução. Utilizam indicadores ácido-base na forma de fitas ou soluções que mudam de cor pela atividade do íon H^+ (Tabela 7). São métodos rápidos, apresentando apenas o inconveniente de ser pouco precisos.

Tabela 7 – Indicadores de pH utilizados no método colorimétrico

Indicador	Viragem	pH
Azul de bromofenol	Azul-amarelo	3,0-4,6
Vermelho de metila	Amarelo-vermelho	4,4-6,4
Azul de bromotimol	Azul-amarelo	6,0-7,6
Azul de timol	Azul-amarelo	8,0-9,6

Fonte: Silva (2009).

O **método potenciométrico** é a medida da concentração efetiva dos íons H^+ na suspensão do solo. O conjunto medidor e eletrodo de vidro combinado é conhecido como potenciômetro ou peagâmetro. O detector é constituído de um eletrodo indicador de vidro, sensível a variações de H^+ da solução. O outro eletrodo, que é inerte a estas oscilações, é o eletrodo de referência. A diferença de potencial entre eletrodo indicador e eletrodo de referência é registrada por um medidor, sendo apresentada em Volt ou diretamente em pH.

pH em Água

Princípio do método: Medição eletroquímica da concentração efetiva de íons H^+ na solução do solo, por meio de eletrodo de vidro combinado, imerso em suspensão solo: água na proporção 1:2,5.

Metodologia para preparo dos reagentes e soluções: Solução-padrão pH 4,00 – Solução-padrão pH 7,00.

Equipamento: Potenciômetro com eletrodo de vidro combinado.

Procedimento: Transferir 10 cm^3 , com auxílio de um cachimbo, de TFSA para um recipiente (béquer) e adicionar, com uma proveta, 25 mL de água destilada. Agitar durante 15 min a 250 rpm. Deixar em repouso por 30 min e depois efetuar a leitura no potenciômetro.

Observação: O potenciômetro tem que ser calibrado com as soluções tampão pH 7,0 e pH 4,0, após 20 min de aquecimento.

Tabela 8 – Interpretação de resultados de acidez do solo

Classificação da acidez	pH em H ₂ O	pH em CaCl ₂ 0,01 M (1:2,5)
Muito alta	<5,0	<4,3
Alta	5,0 – 5,6	4,4 – 5,0
Média	5,7 – 6,1	5,1 – 5,5
Baixa	6,2 – 6,6	5,6 – 6,0
Muito baixa	>6,6	>6,0

Fonte: Oleynik et al. (1998).

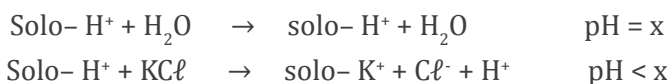
2.1.3.2 Solos eletropositivos e eletronegativos

Para determinar se o solo é eletronegativo ou eletropositivo estima-se o valor de ΔpH . Este índice fornece a ideia do grau de intemperização do solo e é calculado pela equação:

$$\Delta\text{pH} = \text{pH}(\text{KCl}) - \text{pH}(\text{H}_2\text{O})$$

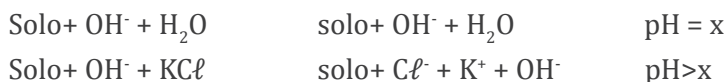
ΔpH é negativo para solos eletronegativos. É o caso mais comum, indicando que o solo tem predominância de cargas negativas e que uma parte delas está ocupada pelo H^+ e Al^{3+} (GIANELLO; BISSANI; TEDESCO, 1995; SILVA, 2009).

Em solos eletronegativos, o pH diminui com a concentração salina da solução:



ΔpH é positivo para solos eletropositivos. Isso pode ocorrer em horizontes mais profundos de solos muito intemperizados, com altos teores de óxidos e hidróxidos de Fe e Al.

Em solos eletropositivos, o pH aumenta com a concentração salina da solução, isso acontece em razão da troca entre o ânion do sal e OH^- na superfície das argilas.



2.1.3.3 Acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$)

Os componentes da acidez potencial, os íons de Al^{3+} e H^+ , diferem quanto ao modo de se ligar ao complexo coloidal. No caso do Al^{3+} , as ligações são predominantemente eletrostáticas. Isso significa que os íons Al^{3+} podem ser deslocados dos sítios de adsorção por simples troca iônica. Os íons de Al^{3+} são chamados de trocáveis, e a acidez por eles gerada é denominada de acidez trocável (RAIJ et al., 2001).

Os íons H^+ estão ligados à fase sólida do solo, através de ligações covalentes, que são bem mais estáveis do que as ligações eletrostáticas. Devido a este fato, a extração dos íons H^+ do complexo coloidal requer uma reação mais energética do que a troca iônica. Emprega-se a solução de acetato de cálcio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ a pH 7,0 para extrair os íons H^+ e conseqüentemente são extraídos também os Al^{3+} . O conjunto destes íons é denominado de acidez potencial (RIBEIRO; GUIMARÃES; ALVAREZ, 1999).

A acidez potencial divide-se em:

- a) **acidez trocável:** refere-se aos íons Al^{3+} e H^+ retidos na superfície dos colóides do solo. Esta quantidade de H^+ trocável é pequena. Como o H^+ representa menos de 5% da acidez trocável, é admitido apenas o Al^{3+} trocável; a acidez trocável ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ ou $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$); refere-se ao alumínio (Al^{3+}) e hidrogênio (H^+) trocáveis e adsorvidos nas superfícies dos colóides minerais ou orgânicos por forças eletrostáticas;
- b) **acidez não trocável:** é o íon H^+ de ligação covalente associado aos colóides em carga negativa e aos compostos de alumínio. É a acidez que os solos apresentam quando em pH menor que 5,5. Acima de pH 5,5 não existe mais Al^{3+} trocável. Acidez não trocável ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ ou $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$) é a quantidade de acidez titulável que ainda permanece no solo, após a remoção da acidez trocável com uma solução de um sal neutro não-tampoadado, como KCl 1 mol L^{-1} . Esse tipo de acidez é representado por H^+ em ligação covalente (mais difícil de ser rompida) com as frações orgânicas e minerais do solo. A acidez potencial é a soma da acidez trocável e da acidez não trocável. É ela que limita o crescimento das raízes

e ocupa espaços nos colóides, possibilitando que os nutrientes livres na solução do solo sejam lixiviados (GIANELLO; BISSANI; TEDESCO, 1995; TEDESCO et al., 1995; RAIJ et al., 2001).

2.1.3.3.1 Métodos de determinação da acidez potencial



EM SMP (SHOEMAKER; McLEAN; PRATT, 1961)

Princípio do método: Esta solução consiste em uma mistura de sais neutros com vários tampões, estando tamponada a um pH 7,5, com o objetivo de obter um decréscimo linear do pH, quando titulada potenciometricamente com ácido forte. Quando a solução SMP entra em contato com o solo, a acidez potencial do solo irá forçar uma redução do pH da solução. Portanto, o pH será menor do que 7,5. Dependendo da acidez potencial ($H^+ + Al^{3+}$) haverá maior ou menor variação do pH da solução SMP. Existe alta correlação entre valores de pH SMP com o valor de $H^+ + Al^{3+}$ (acidez potencial dos solos) determinada pela extração com acetato de cálcio (SHOEMAKER; McLEAN; PRATT, 1961).

Metodologia para preparo dos reagentes e soluções: Solução-padrão pH 4,00. Solução-padrão pH 7,00. Solução tampão SMP: transferir para balão volumétrico de 1 L, os seguintes reagentes e nessa ordem: 106,2 g cloreto de cálcio ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$); 6,0 g de cromato de potássio (K_2CrO_4), 4,0 g de acetato de cálcio $Ca(CH_3CO_2)_2$ e 5,0 mL de trietanolamina. Adicionar água destilada até cerca de 700 mL. Dissolver separadamente em béquer 3,6 g de p-nitrofenol em 200 mL de água quente a 80 a 90°C. Após a dissolução, misturar as duas soluções e completar o volume para 1 litro com água destilada. Deixar em repouso por um dia e ajustar o pH para 7,5 com NaOH 40%. Manter a solução refrigerada, verificando-se ocasionalmente o pH, e corrigi-lo quando necessário (RAIJ; QUAGGIO, 1997).

Procedimento 1: Utilizar a suspensão em que foi determinado o pH em $CaCl_2$ 0,01 mol L⁻¹. Adicionar 5,0 mL de solução tampão SMP. Agitar durante 20 min a 250 rpm. Deixar em repouso por uma noite. Agitar por mais 10 min e a seguir deixar em repouso por 30 min. Calibrar o aparelho com

as soluções tampões a pH 7,0 e 4,0 e efetuar a leitura no potenciômetro e posteriormente correlacionar o valor obtido do pH SMP com acidez potencial utilizando a Tabela 9.

Tabela 9 – Relação entre pH SMP e $H^+ + Al^{3+}$

pH SMP	$H^+ + Al^{3+}$	pH SMP	$H^+ + Al^{3+}$
3,5	31,92	5,8	5,76
3,6	29,63	5,9	5,35
3,7	27,50	6,0	4,96
3,8	25,53	6,1	4,61
3,9	23,70	6,2	4,28
4,0	22,00	6,3	3,97
4,1	20,42	6,4	3,68
4,2	18,96	6,5	3,42
4,3	17,60	6,6	3,18
4,4	16,33	6,7	2,95
4,5	15,16	6,8	2,74
4,6	14,08	6,9	2,54
4,7	13,06	7,0	2,36
4,8	12,13	7,1	2,19
4,9	11,26	7,2	2,03
5,0	10,45	7,3	1,89
5,1	9,70	7,4	1,75
5,2	9,00	7,5	1,62
5,3	8,36	7,6	1,51
5,4	7,76	7,7	1,40
5,5	7,20	7,8	1,30
5,6	6,69	7,9	1,21
5,7	6,21	8,0	1,12

Fonte: Pavan et al. (1992).

Procedimento 2: Medir 10 mL de solo em copo de plástico, em seguida adicionar 10 mL de água destilada e agitar com bastão de vidro. Deixar em repouso por 30 min e após esse período agitar novamente e determinar o pH. Adicionar 5 mL da solução SMP e agitar com bastão de vidro. Deixar em repouso por 20 min e agitar novamente. Calibrar o potenciômetro com as Soluções Tampões 7,00 e 4,00 (+ ou - 0,01, temperatura 25°C), tomando os mesmos cuidados do item anterior, e ler o pH de equilíbrio da suspensão-tampão, denominado pH SMP (índice SMP).

POR TITULOMETRIA

Princípio do método: O conceito de acidez potencial está relacionado diretamente com a capacidade tampão do solo. Ela irá se manifestar quando se tentar elevar o pH do solo mediante calagem. A acidez potencial constitui-se de duas formas: a acidez trocável, representada por íons Al^{3+} , e a residual, representada por H^+ não dissociado. Na determinação do pH em solução tampão SMP, é possível estimar a acidez potencial via tabela, comparando os dados. De acordo com o valor do pH SMP, há uma correspondência quanto ao nº de $cmol_c\ dm^{-3}$ de $(H + Al)$. No entanto, pode-se determinar a acidez potencial via titulação, utilizando-se como extrator o acetato de cálcio $1\ mol\ L^{-1}$ pH 7,0. Nesta determinação são avaliados os íons dissociáveis $(H + Al)$ de várias fontes: colóides do solo, grupos fenólicos e carboxílicos de matéria orgânica e dos óxidos de ferro e de alumínio. Para avaliar a acidez potencial é necessário usar um forte receptor de prótons (este receptor deve estar numa faixa de pH 7,0 a 8,2). Será utilizado o acetato de cálcio $(Ca(CH_3COO)_2)$, que quando em solução apresenta-se dissociado em íon acetato (CH_3COO^-) e o íon cálcio (Ca^{2+}) . O íon acetato vai retirar o maior número possível de prótons (H^+) . Essa solução de acetato de cálcio $1\ mol\ L^{-1}$ pH 7,0 extrai tanto os íons (H^+) como os íons Al^{3+} (TEDESCO et al., 1995; RAIJ et al., 2001).

Metodologia para preparo dos reagentes e soluções:

Solução de acetato de cálcio $0,5\ mol\ L^{-1}$ pH 7,0: Transferir 88,10 g de acetato de cálcio $(Ca(CH_3COO)_2 \cdot H_2O)$ para balão volumétrico de 1000 mL, adicionar 900 mL de água destilada, ajustar o pH da solução para 7,0 com HCl $1\ mol\ L^{-1}$ ou $NaOH$ $1\ mol\ L^{-1}$ e completar o volume com água destilada.

Solução de fenolftaleína 10 g L⁻¹: Transferir 1 g de fenolftaleína para frasco de 100 mL e completar o volume com etanol.

Solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹: Transferir 4 g de NaOH para balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume com água destilada. Fatorar semanalmente com biftalato ácido de potássio.

Solução de NaOH 0,025 1 mol L⁻¹: Pipetar 25 mL da solução NaOH 1 mol L⁻¹. Passar para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

Procedimento para prova em branco: Retirar uma alíquota de 50 mL de acetato de cálcio 0,5 mol L⁻¹ pH 7,0 e transferir para erlenmeyer 125 mL em seguida adicionar 4 gotas de fenolftaleína 1% e titular com NaOH 0,1 mol L⁻¹. A viragem se dá do incolor para o róseo.

Procedimento para extração: Transferir 5 cm³ de TFSA para erlenmeyer 125 mL e adicionar 75 mL de solução de acetato de cálcio 1 mol L⁻¹ pH 7,0. Agitar por 15 min e deixar decantar por uma noite, após desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.

Determinação: Transferir 25 mL do extrato para erlenmeyer de 125 mL e adicionar 3 gotas de fenolftaleína 10 g L⁻¹. Titular com NaOH 0,025 mol L⁻¹ até coloração rósea.

Cálculo:

$$\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}(\text{H} + \text{Al}^{3+}) \text{ de TFSA} = (V_{\text{amostra}} - V_{\text{branco}}) \times 1,65$$

Onde:

V_{amostra} = volume em mL gastos na titulação da amostra;

V_{branco} = volume em mL gastos na titulação da prova em branco;

1,65 = fator de correção (constante), decorrente das alíquotas tomadas e do fato de o método extrair apenas 90% da acidez.

Padronização das soluções de ácido e base:

Solução de ácido clorídrico 0,5 mol L⁻¹ padronizada: Tomar 40 mL de ácido clorídrico p.a. e transferir para balão de 1000 mL. Completar o volume com água destilada.

Para padronizar a solução: Pesar exatamente 0,5000 g de carbonato de sódio p.a., seco por 2 h a 110°C. Transferir para erlenmeyer de 125 mL e juntar 50 mL de água destilada e 5 gotas do indicador vermelho de metila. Titular com a solução do ácido (ácido clorídrico) a padronizar. Fazer pelo menos três repetições. Anotar o volume médio gasto (V).

Solução de hidróxido de sódio a 0,25 mol L⁻¹ padronizada: Pesar 10,0000 g de hidróxido de sódio p.a. e transferir para béquer de 250 mL. Dissolver com água destilada e depois completar até 1000 mL com água destilada. Padronizar.

Para padronizar a solução: Tomar 10 mL da solução padronizada de ácido clorídrico e transferir para erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 50 mL de água destilada e 3 gotas de fenolftaleína a 1% em álcool. Titular com a solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹ padronizada até o aparecimento da cor rosa e anotar o volume gasto (V). Repetir 3 vezes e tirar a média do volume gasto. Calcular a molaridade da solução de hidróxido de sódio, dada.

Solução padronizada de NaOH contendo 0,025 mol L⁻¹: Para determinar a concentração da solução de NaOH, pesar, com precisão de 0,0001 g, cerca de 0,2 g de biftalato ácido de potássio p.a. (KHC₈H₄O₄, massa molar: 204,23 g mol⁻¹), secado em estufa a 110°C por 60 min e resfriado em dessecador. Dissolver, em béquer de 250 mL, o biftalato em 50 mL de água destilada ou deionizada a 50 a 70°C, previamente fervida para eliminar o CO₂. Adicionar 1 ou 2 gotas de fenolftaleína alcoólica e, em seguida, gota a gota, a solução de NaOH a ser padronizada (0,025 mol L⁻¹) contida em bureta, até a viragem de incolor para levemente róseo. Repetir essa titulação três vezes e anotar os volumes gastos, em mL. Com o volume médio de NaOH gasto na titulação, calcular a concentração da solução usando a equação:

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{Bi}}}{0,20423 * V_{\text{NaOH}}}$$

Onde:

C_{NaOH} é a concentração exata de NaOH em mol L⁻¹;

m_{Bi} é a massa de biftalato ácido de potássio usada, em g;

V_{NaOH} é o volume, de NaOH gasto na titulação, em mL.

No estado de São Paulo, não se consideram isoladamente os teores de H^+ e Al^{3+} para fins de interpretação. Este valor serve para cálculo da capacidade de troca de cátions e da porcentagem de saturação por bases. Entretanto, no estado de Minas Gerais a acidez potencial, extraído com acetato de cálcio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, pH 7,0 (CAMARGO; VALADARES, 1980). A Tabela 10 apresenta as classes de interpretação da acidez potencial do solo.

Tabela 10 – Classes de interpretação da acidez potencial do solo

Acidez potencial ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$)	Classificação
$\leq 1,0$	Muito baixa
1,01 – 2,50	Baixa
2,51 – 5,00	Média
5,01 – 9,00	Alta
$> 9,00$	Muito alta

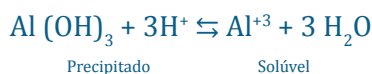
Fonte: Ribeiro, Guimarães e Alvarez (1999).



2.2 ALUMÍNIO TROCÁVEL

A acidez trocável compreende aquela causada pela hidrólise do Al em solução e pelo íon hidrogênio trocável (Al^{3+} trocável ou Al^{3+} livre) que é um dos componentes da acidez potencial mais importantes nos solos ácidos intemperizados. Termo referente aos íons Al^{3+} e H^+ que estão trocáveis, ou seja, adsorvidos aos colóides do solo e que podem ser trocados por outros cátions, desde que em concentrações mais elevadas. O íon hidrogênio trocável, o valor é extremamente pequeno a pH normalmente encontrado no solo (COULTER, 1969); sendo assim, o que se determina é o alumínio trocável. Chernov (1947) mostrou que uma solução de KCl 1 mol L^{-1} extrai somente Al^{3+} , com exceção de solos orgânicos ou solos com pH muito baixo ($< 4,0$) – a chamada acidez trocável, só ocorre em solos com pH baixo – e para que o alumínio esteja adsorvido aos colóides do solo na forma trocável, ele deve estar hidrolisado e/ou solubilizado (RIBEIRO; GUIMARÃES; ALVAREZ, 1999).

Princípio do método: Em concentrações relativamente altas, o potássio desloca principalmente íons alumínio do solo para a solução, os quais se hidrolisam liberando íons hidrogênio que podem ser titulados com uma base. Método volumétrico por titulação com hidróxido de sódio, após extração do Al^{3+} do solo com KCl 1 mol L^{-1} .



Metodologia para preparo dos reagentes e soluções:

Solução KCl 1 mol L^{-1} : transferir 74,6 g de KCl para balão de 1000 mL e completar o volume com água deionizada. Cuidado na preparação dessa solução: o uso de água recentemente destilada com pH não estabilizada pode comprometer a avaliação do alumínio trocável.

Solução de $NaOH$ 1 mol L^{-1} : pesar 40,00 g de $NaOH$ p.a. Colocar em balão volumétrico de 1L. Dissolver em água destilada ou deionizada fervida. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Corrigir o título com padrão primário (biftalato ácido de potássio).

Solução padronizada de $NaOH$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$: pipetar 100 mL da solução estoque de $NaOH$ 1 mol L^{-1} . Passar para balão volumétrico de 1L. Completar o volume com água deionizada ou destilada. Homogeneizar.

Solução de $NaOH$ $0,025 \text{ mol L}^{-1}$: pipetar 25 mL da solução $NaOH$ 1 mol L^{-1} . Passar para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

Indicador azul-de-bromotimol 1 g L^{-1} : pesar 0,1 g do indicador. Colocar em gral. Adicionar 1,6 mL de $NaOH$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Triturar bem até a mistura ficar azul-esverdeada. Passar para balão aferido de 100 mL, lavando bem o

gral com o auxílio de pissete. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Guardar em frasco escuro.

Se a cor permanecer âmbar, apesar de bem triturado, adicionar algumas gotas de solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹ e a cor azul-esverdeada aparecerá.

Solução alcoólica de fenolftaleína a 3%: dissolver 3 g de fenolftaleína em 100 ml de álcool etílico.

Prova sem solo (branco): Pipetar uma alíquota de 15 mL de KCl 1 mol L⁻¹ e transferir para erlenmeyer 125 mL. Adicionar 25 mL de H₂O destilada e em seguida adicionar 3 gotas de azul-de-bromotimol. Titular com NaOH 0,025 mol L⁻¹ e anotar o volume de NaOH gasto em mL.

Procedimento para extração: Transferir 5 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 125 ml. Adicionar 50 mL do extrator KCl 1 mol L⁻¹. Agitar por 15 min em agitador circular, não é necessário tampar o erlenmeyer. Deixar em repouso por uma noite para decantar, depois desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers. Em solos com baixa CTC, a agitação por 15 min, seguida de repouso por um período de 1 h e por filtração, leva ao mesmo resultado.

Determinação: Pipetar, sem filtrar, 25 mL do extrato. Passar para erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 3 gotas do indicador azul-de-bromotimol 1 g L⁻¹. Titular com solução de NaOH 0,025 mol L⁻¹. A viragem se dá do amarelo para o verde. Verificar o número de mL gastos na titulação e anotar.

Cálculo:

$\text{cmol}_c \text{ de Al}^{3+} \text{ dm}^{-3} \text{ de TFSA} = \text{mL de NaOH } 0,025 \text{ mol L}^{-1} \text{ gastos na titulação (CANTARELLA; DECHEN; RAIJ, 1981; TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).}$



2.2.1 Interpretação dos Resultados

A Tabela 11 apresenta os resultados de concentração de alumínio no solo.

Tabela 11 – Interpretação dos resultados de concentração do Al^{3+} no solo

Classificação	Níveis de alumínio ($cmol_c\ dm^{-3}$)
Não tóxico	$\leq 0,1$
Pouco tóxico	0,11 – 0,50
Tóxico	0,51 – 1,0
Muito tóxico	1,1 – 2,0
Altamente tóxico	$\geq 2,1$

Fonte: Alvarez et al. (1999) e Lima et al. (1989).

2.3 PORCENTAGEM DE SATURAÇÃO POR ALUMÍNIO (m%)

Indica quanto por cento da CTC efetiva estão ocupados por Al trocável ou acidez trocável. Expressa a toxidez do alumínio. Quanto mais ácido é um solo maior é o teor de alumínio trocável e menor os teores de bases, menor a soma das bases e maior a saturação de alumínio, apresentando prejuízos significativos para as plantas (CANTARELLA; DECHEN; RAIJ, 1981).

$$m(\%) = \frac{100 \times Al^{3+}}{t} \quad \text{ou} \quad m = \frac{100 \times Al^{3+}}{S + Al^{3+}}$$

Onde:

m = saturação por alumínio (%);

t = capacidade de troca de cátions efetiva ($cmol_c\ dm^{-3}$ ou $mol_c\ dm^{-3}$);

S = soma das bases ($cmol_c\ kg^{-1}$ ou $cmol_c\ dm^{-3}$).

2.4 CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIOS EFETIVA (t)

A capacidade de troca de cátions expressa a quantidade de cátions que o solo pode reter na forma de complexos, representando indiretamente a quantidade de cargas negativas do solo (MEURER, 2010).

$$t = Ca + Mg + K + Na + Al$$

Onde:

t expresso em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ ou $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$.

2.4.1 Interpretação dos Resultados

A Tabela 12 apresenta a interpretação dos resultados de concentração da saturação por alumínio em porcentagem.

Tabela 12 – Interpretação dos resultados de concentração da saturação por Al^{3+} (%)

Classificação	Níveis de alumínio (%)
Muito baixo	<0,5
Baixo	5,1 – 10,0
Médio	10,1 – 20,0
Alto	20,1 – 45,0
Muito alto	≥45,0

Fonte: Alvarez et al. (1999) e Lima et al. (1989).

2.5 SOMA DAS BASES (S), CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS (CTC) E SATURAÇÃO POR BASES (V)

As próximas seções apresentam o cálculo para soma das bases, capacidade de troca de cátions e saturação por bases.

2.5.1 Cálculo da Soma das Bases (S)

O valor S, que é a soma de bases trocáveis, é calculado em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ de TFSA.

$$S = \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{K}^{+} + \text{Na}^{+} \text{ (cmol}_c \text{ kg}^{-1} \text{ ou cmol}_c \text{ dm}^{-3}\text{)}$$

2.5.2 Cálculo da Capacidade de Troca de Cátions (CTC) ou T a Ph 7,0

O valor T, ou capacidade de troca de cátions (CTC), que corresponde à soma das bases trocáveis mais a acidez potencial, é calculado em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ de TFSA.

$$T = S + (H^+ + Al^{3+}) (\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3})$$

Alguns autores diferenciam a CTC a pH 7,0 (T) da capacidade efetiva de troca de cátions (t), sendo que o Al^{3+} é o extraído pelo cloreto de potássio, denominado de acidez trocável. A interpretação dada aos valores da CTC, SB e V é mostrada na sequência (PAIVA NETO et al., 1951; RAIJ et al., 1997).

2.5.3 Interpretação dos Resultados

A Tabela 13 mostra a interpretação dos resultados de CTC a pH 7, da CTC efetiva, ainda a soma das bases e saturação por bases.

Tabela 13 – Interpretação dos resultados de CTC a pH 7, CTC efetiva, SB e V

Característica	Classificação ¹				
	Muito baixo	Baixo	Médio	Bom	Muito bom
CTC a pH 7,0 ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$)	1,60	1,61 – 4,30	4,31 – 8,60	8,61 – 15,00	>15,00
CTC efetiva ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$)	0,80	0,81 – 2,30	2,31 – 4,60	4,61 – 8,00	>8,00
SB ($\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$)	0,60	0,61 – 0,80	1,81 – 3,60	3,61 – 6,00	>6,00
V (%)	20,0	20,1 – 40,0	40,1 – 60,0	60,1 – 80,0	>80,00

Fonte: Ribeiro, Guimarães e Alvarez (1999) e Alvarez et al. (1999).

Nota: ¹ Válido para o estado de Minas Gerais.

2.5.4 Cálculo da Saturação por Bases

O valor V, ou índice de saturação por bases, é calculado em porcentagem de acordo com a expressão:

$$V = \frac{100 \times S}{T} \quad (\%)$$

2.5.5 Interpretação dos Resultados

A Tabela 14 mostra a interpretação dos resultados saturação por bases e a Tabela 15 apresenta a porcentagem de saturação por bases necessária, conforme a cultura.

Tabela 14 – Interpretação dos resultados para a saturação por bases

Saturação por bases	V(%)
Muito baixa	0-25
Baixa	26-50
Média	51-70
Alta	71-90
Muito alta	>90

Fonte: Rajj et al. (1997).

Tabela 15 – Porcentagem de saturação por bases necessária (continua)

Culturas	V%
Cereais	
Arroz de sequeiro e arroz irrigado ^{1,2}	50
Aveia branca, cevada ^{1,3}	70
Aveia preta e centeio ^{1,3}	50
Milho, sorgo ^{1,4}	70
Trigo (IAC-24, IAC-120), Triticale ^{1,3}	60
Trigo (não tolerante a acidez) ^{1,3}	70
Especiarias, aromáticas e medicinais	
Camomila, estêvia, menta ou hortelã, pimenta-do-reino	70
Capim-limão ou erva cidreira, citronela-de-java, palma-rosa	40
Cardamomo, curcuma, digitalis, erva-doce ou funcho, gengibre, urucum	50
Confrei, vetiver	60
Piretro	80
Estimulantes	
Cacau, café, fumo ^{1,5}	50
Chá ¹	40

Tabela 15 – Percentagem de saturação por bases necessária

(continuação)

Culturas	V%
Fibrosas	
Algodão ⁶	70
Bambu	50
<i>Crotalaria juncea</i> , linho têxtil, quenafe	70
Juta, rami	60
Sisal ⁶	80
Frutíferas	
Abacate ⁶	60
Abacaxi ^{1,7}	50
Acerola ou cereja-das-antilhas ⁶	70
Banana ^{6,7}	60
Citros (laranja, limão, tangerina e murcote), frutas de clima temperado, goiaba ⁶	70
Mamão, maracujá ⁶	80
Manga, uvas finas e rústicas	80
Hortaliças	
Abobrinha ou abóbora de moita; abóbora rasteira, moranga e híbridos; bucha e pepino; alho; berinjela, jiló, pimenta-hortícola, pimentão, melão; beterraba, cenoura, nabo, rabanete, salsa, brócolis, couve-flor, repolho, cebola, couve-manteiga, mostarda; feijão-vagem, feijão-fava, feijão-de-lima, ervilha, morango, quiabo	80
Aipo e salsa, alface, rúcula e agrião	80
Alcachofra ¹	80
Almeirão, chicória e escarola	70
Alho-porro e cebolinha, chuchu	80
Melancia ⁶	70
Tomate (estaqueado) e tomate rasteiro ⁶	80
Leguminosas e oleaginosas	
Amendoim	60
Ervilha-de-grãos, feijão, feijão-adzuki e feijão-mungo, gergelim, girassol, grão-de-bico ¹	70
Leguminosas adubos verdes: <i>Crotalaria</i> , chícharo ou ervilhaca, feijão-de-porco, feijão-guandu, lablabe, mucuna, tremoço, mamona, soja ¹	60

Tabela 15 – Percentagem de saturação por bases necessária

(conclusão)

Culturas	V%
Ornamentais e flores	
Amarílis, crisântemo, rosa ⁶	80
Antúrio ²	40
Gladiolo, plantas ornamentais arbóreas	60
Gloxínia, gypsophila, violeta-africana	80
Plantas ornamentais arbustivas e herbáceas	60
Azálea ⁸	40
Raízes e tubérculos	
Araruta industrial	50
Batata ⁹	60
Batata-doce, cará ¹⁰	60
Inhame ¹⁰	50
Mandioca ^{1,8}	50
Mandioquinha ⁹	80
Outras culturas industriais	
Cana-de-açúcar ¹¹	60
Pupunha para extração de palmito	50
Seringueira ⁸	50

Fonte: Raij et al. (1997).

Nota: ¹ Deve-se garantir teor mínimo de Mg no solo de 5 molc dm⁻³; ² Dose máxima de calcário 3 t ha⁻¹; ³ Dose máxima de calcário 4 t ha⁻¹; ⁴ Para solos com teor de MO superior a 50 g dm⁻³ a V% deve ser 50; ⁵ No plantio, além da calagem em área total deve-se aplicar: café, 400 g de calcário moído ou 200 g de calcário calcinado por metro linear de sulco; cacau, 1 kg de calcário por cova; ⁶ Deve-se garantir teor mínimo de Mg no solo de 9 mmolc dm⁻³; ⁷ Quantidade maior que 5 t há⁻¹ de calcário requer incorporação profunda; ⁸ Dose máxima de 2 t ha⁻¹; ⁹ Deve-se garantir teor mínimo de Mg no solo de 8 mmolc dm⁻³; ¹⁰ Deve-se garantir teor mínimo de Mg no solo de 4 mmolc dm⁻³; ¹¹ Dose mínima de calcário 1 t ha⁻¹; dose máxima 5 t ha⁻¹ (PRNT = 100). Aplicar pelo menos 1 t ha⁻¹ de calcário dolomítico se o teor de Mg do solo for inferior a 5 mmolc dm⁻³.

2.6 ANÁLISE DE CORRETIVOS DA ACIDEZ DO SOLO

Corretivos da acidez do solo são compostos que liberam HCO³⁻ ou OH⁻. Os calcários representam quase a totalidade dos corretivos de acidez

empregados no nosso País. A substância padrão é o CaCO_3 , ao qual é atribuído o índice 100 e possui $\text{mol}_c = 50 \text{ mg}$. A equivalência de outros compostos em CaCO_3 é feita pela relação entre pesos de mol carga.

Exemplo: Ca(OH)_2 tem peso $\text{mol}_c = 37$ Relação: $50/37 = 1,35$ significa que 100 kg de Ca(OH)_2 tem mesmo poder de correção que 135 kg de CaCO_3 (Tabela 16) (ALCARDE, 1979; ALCARDE, 2005; RAIJ et al., 1997; ALCARDE; RODELLA, 1996).

Tabela 16 – Equivalência em CaCO_3 de alguns corretivos

Substância	Multiplicar por
CaCO_3	1,0
MgCO_3	1,19
$\text{CaCO}_3, \text{MgCO}_3$	1,19
Ca(OH)_2	1,35
CaO	1,79
MgO	2,48

Fonte: Alcarde (2005).

2.6.1 Classificação dos Calcários

Os calcários são classificados quanto à concentração de MgO e CaO (Tabela 17) da seguinte forma (BRASIL, 2004a):

Tabela 17 – Classificação dos corretivos quanto à concentração de MgO e CaO

Calcário	MgO (%)	CaO (%)
Calcítico	≤ 5	≥ 40
Magnesiano	5-12	30-40
Dolomítico	≥ 12	25-30

Fonte: Brasil (2004a).

Os calcários são classificados quanto ao poder de neutralização total (PRNT), equivale a % do corretivo que reagirá com os ácidos do solo dentro de 1 a 3 anos da seguinte forma:

- a) faixa A = 45-60%;
- b) faixa B = 60,1-75%;
- c) faixa C = 75,1-90%;
- d) faixa D = >90% (BRASIL, 2006).

2.6.2 Eficiência dos Corretivos

A qualidade e o valor agrônômico dos corretivos como neutralizantes da acidez não basta, porém, que possuam altos teores de CaO ou de MgO ou de ambos. A solubilização no solo será mais ou menos rápida, segundo a maior ou menor granulometria da moagem. A separação é realizada em peneiras, conforme Figura 26.

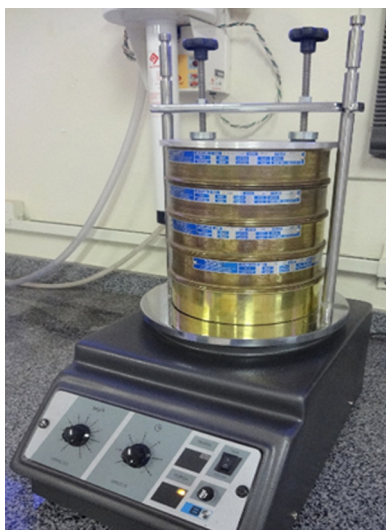


Figura 26 – Conjunto de peneiras dispostas no agitador mecânico, ficando em cima a de maior abertura
Fonte: Universidade do Estado de Santa Catarina (2017).

O poder corretivo dos materiais é expresso em termos de sua equivalência em carbonato. Quanto maior o teor equivalente em

carbonato, melhor sua qualidade. O teor equivalente em carbonato expressa o **poder de neutralização (PN)**. O grau de moagem do corretivo expressa a **eficiência relativa (ER)**.

O **poder de neutralização** é a capacidade do calcário em neutralizar ácidos do solo. É expresso em equivalente de CaCO_3 (%).

A **eficiência relativa** é a quantidade real de calcário que reage com o solo em um período mínimo de três anos, é medida através da granulometria (%).

A análise do calcário visa obter informações sobre:

- a) poder de neutralização (PN);
- b) eficiência relativa (ER) ou reatividade (RE);
- c) teores de cálcio e magnésio.

Observação: O poder de neutralização dos corretivos pode também ser obtido através da concentração de CaO e MgO. Neste caso, é denominado:

$$\text{Valor de neutralização (VN): } VN = (\% \text{ CaO} \times 1,79) + (\% \text{ MgO} \times 2,48).$$

A granulometria é determinada pelas peneiras ABNT nº 10 (2 mm), ABNT nº 20 (0,84 mm) e ABNT nº 50 (0,30 mm). Segundo a legislação, os corretivos de acidez do solo deverão possuir as seguintes características físicas mínimas (Tabela 18): passar 100% em peneira de 2 mm; 70% em peneira 0,84 mm e 50% em peneira de 0,30 mm, sendo permitida uma tolerância de 5% na peneira de 2 mm (04) (BRASIL, 2004a, 2006).

Tabela 18 – Fração granulométrica e reatividade dos calcários

Fração granulométrica (mm)	Peneira ABNT	Reatividade (2 – 3 anos) (%)
>2,00	Retida ABNT	0
0,84 – 2,00	Passa ABNT 10, retida ABNT 20	20
0,30 – 0,84	Passa ABNT 20, retida ABNT 50	60
0,30	Passa ABNT 50	100

Fonte: Brasil (2004a).

2.6.3 Determinação do Poder de Neutralização (PN)

O PN caracteriza o teor de componentes neutralizantes existentes no calcário, lembrando que estes correspondem a cátions (Ca^{2+} , Mg^{2+}) associados a ânions receptores de prótons (CO_3^{2-} , OH^- , O^- , SiO_3^{2-}). Conclui-se que nem todo o Ca ou Mg presente na estrutura cristalina da rocha calcária terá poder neutralizante.

O CaCO_3 na sua forma pura para análise (p.a) é tido como composto padrão para neutralização da acidez, sendo seu PN igual a 100. Assim, convencionalmente tem-se expresso o PN dos corretivos em termos relativos ao CaCO_3 (um calcário A com PN igual a 80% significa que 100 g deste terá o mesmo efeito neutralizante do que 80 g de CaCO_3).

De acordo com o Sistema Internacional de unidades (SI), o PN do calcário deve ser expresso em termos de mol de carga por unidade de massa do corretivo (em 80 g de CaCO_3 existem 1,6 mol_c, portanto, o PN do Calcário A acima é 1,6 molc kg⁻¹, ou seja 100 g desse calcário neutralizam 1,6 mol_c de acidez, enquanto 100 g de CaCO_3 neutralizam 2 mol_c de acidez), considerando que a correção da acidez se dá por meio de reações que envolvem cargas elétricas na solução do solo e no complexo sortivo (RAIJ et al., 1997; ALCARDE; RODELLA, 1996; ALCARDE, 2005).

2.6.3.1 Método da titulação ácido-base

Princípio do método e aplicação: Fundamenta-se em colocar em contato uma massa conhecida do corretivo de acidez com uma quantidade conhecida e em excesso de ácido padronizado, fazendo com que o corretivo neutralize uma parte do ácido. O excesso de ácido será quantificado por alcalimetria, obtendo-se indiretamente quanto ácido foi neutralizado pelo corretivo. Aplicável a todos os corretivos agrícolas de acidez do solo.

Metodologia para reparo dos reagentes e soluções:

Solução alcoólica de fenolftaleína 10 g L⁻¹: Pesar 1 g do indicador e diluir a 100 mL com álcool etílico.

Solução de HCl 0,5 mol L⁻¹, padronizada: Diluir 40 mL de HCl 37%, em água, transferir para balão de 1000 mL e completar o volume com água destilada.

Equipamentos: potenciômetro com eletrodo para medida do pH e termocompensador; agitador magnético.

Padronização do HCl: Pesar exatamente 3,00 g de carbonato de sódio, Na_2CO_3 , padrão primário, secado previamente a 280°C em forno elétrico por 2 h e resfriado em dessecador. Transferir para um balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada. Transferir 50 mL da solução de carbonato de sódio para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 50 mL de água destilada e 3 gotas do indicador alaranjado de metila, a seguir titular com a solução de HCl até começar a viragem de cor do indicador em relação à solução de referência (usar solução de 80 mL de água fervida por dois minutos acrescidos de três gotas de alaranjado de metila. Interromper a titulação e ferver por dois a três minutos, esfriar e prosseguir até variação definitiva da cor para tom laranja-avermelhado. Efetuar três repetições e anotar o volume médio gasto (V). Calcular a concentração exata (mol L^{-1}) através da expressão:

$$C = \frac{14,1525}{V}$$

Onde:

V = média dos volumes da solução de HCl gastos na titulação, em mL.

Solução de NaOH $0,25 \text{ mol L}^{-1}$, padronizada: Pesar 10 g do reagente e dissolver em água. Transferir para balão de 1 L e completar o volume com água destilada. Padronizar usando HCl já padronizado, usando fenolftaleína como indicador.

Procedimento: Pesar 1 g, se calcário, ou 0,5 g, se calcário calcinado ou cal hidratada, com aproximação de 0,1 mg, da amostra seca, moída e passada em peneira de 0,3 mm e transferir para erlenmeyer de 250 mL. Adicionar exatamente 50 mL da solução de HCl $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ padronizada, cobrir com vidro de relógio e ferver suavemente por 5 min. Esfriar, transferir para balão de 100 mL e completar o volume com água destilada; deixar decantar ou filtrar em papel de filtro de porosidade média. Pipetar 50 mL e transferir para erlenmeyer de 125 mL. Acrescentar 2-3 gotas de solução de fenolftaleína e

titular o excesso do ácido com a solução padronizada de NaOH 0,25 mol L⁻¹, até o aparecimento de uma leve cor rosada do indicador. Anotar o volume gasto (V₂). Calcular o poder de neutralização do corretivo, em % de CaCO₃ equivalente, pela expressão:

$$PN = \frac{10(25 \times M_1 - V_2 \times M_2)}{g}$$

Onde:

M₁ = concentração molar da solução de HCl;

V₂ = volume, em mL, da solução de NaOH, gasto na titulação;

M₂ = concentração molar da solução de NaOH;

g = massa inicial (g).

Observação: Para produtos escuros, para os quais há dificuldade de visualização do ponto final da titulação com o uso de indicador, esta poderá ser efetuada tendo como ponto final a neutralização do excesso de HCl indicada potenciometricamente, ao atingir o pH 7.

Procedimento: Da mesma forma que no procedimento anterior, apenas utilizando um béquer de 250 mL no lugar do erlenmeyer. A seguir, colocar o béquer no agitador magnético, introduzir o eletrodo na solução e posicionar a bureta contendo a solução padronizada de NaOH. Acionar o agitador magnético, promovendo uma agitação moderada e titular com solução padronizada de NaOH até atingir o valor 7 e assim permanecer por um minuto, mantendo-se a agitação. Anotar o volume gasto (V₂). Proceder os cálculos da mesma forma.

Importante: O Poder de Neutralização e a Eficiência Relativa podem ser englobados num único valor, que define a **qualidade do corretivo**, denominado **poder relativo de neutralização total** (PRNT) (ABREU; ANDRADE; FALCÃO, 2006; CAMARGO et al., 2009).

2.6.4 Determinação do Teor de CaO e MgO do Corretivo

O valor de neutralização (VN) e a eficiência relativa (ER) permitem calcular o poder relativo de neutralização total (PRNT):

A concentração de CaO e MgO dos corretivos expressa o VN, que é calculado pela fórmula:

$$\text{VN (\%)} = 1,78 \times \% \text{CaO} + 2,5 \times \% \text{MgO}$$

$$\text{PRNT} = \frac{\text{ER (\%)} \times \text{VN (\%)}}{100}$$

2.6.4.1 Metodologia para preparo dos reagentes

Solução de HCl 1 mol L⁻¹: transferir 83,3 mL de HCl para balão de 1 L e completar o volume com água destilada.

Solução de NaOH 1 mol L⁻¹: dissolver 40 g de NaOH, transferir para balão de 1 L e completar o volume com água destilada.

****Solução de Lantânio 0,1%:** transferir 2,67 g de LaCl₃.7 H₂O para balão de 1000 mL, adicionar solução de HNO₃ 10% (v/v) até dissolução total do cloreto e completar o volume com H₂O deionizada (**preparar somente quando for usar o espectrômetro de absorção atômica (EAA)).

2.6.4.2 Metodologia para determinação do valor de neutralização

Pesar 0,5 g de corretivo, moído (peneira de 60 mesh), e colocar em erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 12,5 mL HCl 1 mol L⁻¹ e deixar em chapa quente até iniciar a fervura. Retirar da placa e deixar esfriar um pouco. Adicionar 50 mL de água destilada e retornar a placa aquecedora e deixar ferver por mais 5 min. Retirar da placa e deixar esfriar para a seguir titular com NaOH 1 mol L⁻¹ na presença de fenolftaleína (4 gotas).

2.6.4.3 Fazer uma prova em branco (sem amostra)

Adicionar 12,5 mL do HCl 1 mol L⁻¹ + 50 mL de água em um erlenmeyer e titular com NaOH 1 mol L⁻¹ na presença de fenolftaleína (4 gotas).

A amostra de calcário é neutralizada em duas etapas:

- com X meq de CO_3^{2-} contidas no calcário;
- com Y meq de OH^- na titulação do excesso de ácido com NaOH.

A diferença de volume de NaOH gastos na prova em branco e na titulação da amostra vezes a normalidade do NaOH, que é 1 representa o número de meq de carbonatos que existem em 0,5 g de corretivo.

Como $\text{mmol}_c \text{CaCO}_3 = 50 \text{ mg}$, calcula-se a massa de CaCO_3 em 0,5 g de corretivo e em seguida o valor neutralizante (ABREU; ANDRADE; FALCÃO, 2006; CAMARGO et al., 2009; SILVA, 2009).

2.6.4.4 Exemplo de cálculo (0,5 g de corretivo)

$$V_{\text{branco}} = 19,3 \text{ mL}$$

$$V_{\text{amostra}} = 2,5 \text{ mL NaOH } 1 \text{ mol L}^{-1}$$

$$\text{VN} = (19,3 - 2,5) \times 10 = 168\%$$

Ou:

$$(V_{\text{branco}} - V_{\text{amostra}}) \times M = \text{mmol}_c$$

$$(19,3 - 2,5) = 16,8$$

$$1 \text{ mmol}_c \text{CaCO}_3 \text{ ----- } 50 \text{ mg}$$

$$x \text{ ----- } 500 \text{ mg}$$

$$x = 10 \text{ mmol}_c \text{ acidez}$$

$$10 \text{ mmol}_c \text{ ----- } 100\%$$

$$16,8 \text{ ----- } x$$

$$x = 168\%$$

2.6.5 Determinação do Teor de CaO e MgO (EAA)

Pesar 0,5 g de corretivo, moído (peneira de 60 mesh), e colocar em erlenmeyer de 250 mL, em seguida adicionar 12,5 mL HCl 1 mol L^{-1} . Deixar ferver em chapa quente até iniciar a fervura e retirar da placa e deixar esfriar um pouco, para depois adicionar 50 mL de água destilada. Retornar sobre a placa aquecedora e deixar ferver por mais 5 min e novamente retirar da

placa, esfriar e completar o volume para 250 mL em balão volumétrico e, em seguida, filtrar. Guardar em frasco fechado na geladeira. Diluir 1 mL em balão de 100 mL. Retirar uma alíquota de 1 mL da determinação do teor de CaO e de MgO na amostra por espectrofotometria de absorção atômica (EAA) e adicionar 4 mL de solução de cloreto de lantânio a 0,1% (SILVA, 2009).

2.6.5.1 Cálculo do %CaO e do %MgO

Fator de diluição:

$$\frac{250\text{mL}}{0,5\text{g}} \times \frac{100\text{mL}}{1\text{mL}} \times \frac{5\text{mL}}{0,1\text{mL alíquota}} = 250.000$$

Concentração de Ca (mg L^{-1}):

$$1,6 \times 250.000 = 400.000 \text{ mg L}^{-1} \text{ de Ca}$$

CaO ----- Ca

56 ----- 40

x ----- 400.000

$$x = 560.000$$

$$x = \frac{560.000}{10.000} \text{ mgL}^{-1} \text{ de CaO} = 56\% \text{ de CaO}$$

Concentração do Mg (mg L^{-1})

$$0,17 \times 250.000 = 42.500 \text{ mg L}^{-1} \text{ de Mg}$$

MgO ----- Mg

40,3 ----- 24,3

x ----- 42.500

$$x = 70.483,54$$

$$x = \frac{70.483,54}{10.000} \text{ mgL}^{-1} \text{ de MgO} = 7,048\% \text{ de MgO}$$

$$VN = (1,78 \times 56) + (2,50 \times 7,048)$$

$$VN = 99,68 + 17,62$$

$$VN = 117,3\%$$

$$PRNT = \frac{ER(\%) \times VN(\%)}{100}$$

$$PRNT = \frac{117,3 \times 84}{100} = 98,5\%$$

As especificações de garantia mínima dos corretivos quanto à concentração de CaO, MgO e PRNT estão na Tabela 19.

Tabela 19 – Especificações e garantia mínimas dos corretivos quanto à concentração de CaO, MgO e PRNT

Corretivo agrícola	PN – %CaCO₃	%CaO + %MgO	PRNT mínimo
Calcário	67	38	45
Calcário calcinado	80	43	54
Cal hidratada	94	50	90
Cal virgem	125	68	120

Fonte: Brasil (2006).

2.6.6 Métodos para Recomendação de Calagem

Na sequência, serão apresentados alguns métodos para recomendação de calagem.

2.6.6.1 Neutralização do alumínio

Um dos critérios mais simples de recomendação de calagem é aquele baseado na neutralização do alumínio. Isso se prende ao fato de o alumínio trocável ser considerado um dos principais componentes relacionados à acidez dos solos. A fórmula utilizada é a seguinte:

$$\text{Necessidade de calcário em t ha}^{-1} \rightarrow \text{NC} = \frac{\text{meq Al}}{100\text{cm}^3} \times f$$

Onde:

$f = 1,5$ para culturas tolerantes a acidez (por exemplo, gramíneas);

$f = 2,0$ para culturas não tolerantes a acidez (por exemplo, leguminosas).

Deve-se considerar que a dose de calcário calculada por esse método é insuficiente para elevar o pH do solo de modo sensível, geralmente só até pH 5,7, ou um pouco menos. Variações deste método são utilizadas em diversas regiões no Brasil. Essas visam à neutralização do alumínio trocável e/ou à elevação dos níveis de cálcio e magnésio trocáveis (SIQUEIRA et al., 1987; RIBEIRO; GUIMARÃES; ALVAREZ, 1999; ALCARDE, 2005).

2.6.6.2 Solução tampão SMP

Nos Estados do Rio Grande do Sul e Santa Catarina, é utilizada a solução tampão SMP. O método consiste em agitar uma quantidade de solo com um volume da solução tampão. Através do pH da suspensão, representado por pH SMP, é consultada a Tabela 20, lendo-se diretamente a quantidade de calcário a aplicar (SIQUEIRA et al., 1987).

Observação: As recomendações de calagem são para PRNT 100%, caso o calcário utilizado tenha um PRNT menor deve-se fazer os ajustes necessários.

Exemplo: Recomendação de calcário: 2,50 t ha⁻¹. Calcário disponível possui PRNT 85%. Quanto aplicar ou qual a necessidade de calcário (NC)?

$$\text{NC} = \frac{2,5}{85} \times 100 = 2,94 \text{ t ha}^{-1}$$

2.6.6.3 Saturação por bases

Para calcular a necessidade de calagem, primeiramente qual o método recomendado para o seu estado.

$$NC \text{ (t ha}^{-1}\text{)} = \left[\left(\frac{V_2 - V_1}{100} \right) \times T \times f \right]$$

Onde:

T = capacidade de troca catiônica [Ca + Mg + K + Na + (H + Al)];

V_2 = saturação por bases desejada (%);

V_1 = saturação por bases atual (%);

NC = necessidade de calagem, em t ha⁻¹, para incorporar na camada de solo de 0-20 cm;

f = fator de correção da quantidade de calcário baseado no PRNT do mesmo.

$$f = \frac{100}{\text{PRNT}}$$

O poder relativo de neutralização total (%) (PRNT) de um calcário é calculado pela fórmula:

$$\text{PRNT} = \frac{\text{PN}(\%) \times \text{ER}(\%)}{100}$$

Onde:

PN = poder de neutralização;

ER = eficiência relativa (SIQUEIRA et al., 1987; CAMARGO et al., 2009).

Para recordar:

Se a análise não informa o valor da soma de bases (SB), o cálculo é este:

$$SB = K+Ca+Mg+Na \text{ expresso em } \text{cmol}_c \text{ ou } \text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}.$$

Todos os elementos têm que estar expressos na mesma unidade.

Se a análise não informa o valor da CTC efetiva (t), o cálculo é este:

$$t = K+Ca+Mg+Na+H \text{ expresso em } \text{cmol}_c \text{ ou } \text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}.$$

O da CTC a pH 7,0 (T) é:

$$T = K+Ca+Mg+Na+(H+A\ell) \text{ expresso em } \text{cmol}_c \text{ ou } \text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}.$$

A percentagem de saturação de bases (V%): $V (\%) = (100 \times SB)/T$.

Seja um solo que apresenta, na análise, os teores dos seguintes elementos:

- a) $Ca = 1,42 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;
- b) $Mg = 0,41 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;
- c) $K = 0,11 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;
- d) $(H+A\ell) = 3,65 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;
- e) $T = 5,59 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;
- f) $V_1 = 34,58\%$.

Por estes dados calcula-se:

- a) relação Ca/Mg no solo: $1,42/0,41 = 3,46$;
- b) saturação de $Ca = (100 \times 1,42)/5,59 = 25\%$;
- c) saturação de $Mg = (100 \times 0,41)/5,59 = 7\%$.

$$NC \text{ (t ha}^{-1}\text{)} = \left[\left(\frac{V_2 - V_1}{100} \right) \times T \times f \right]$$

Onde:

$$V_2 = 60\%;$$

$$V_1 = 8,42\%;$$

$$T = 5,46;$$

PRNT do calcário é 80%.

Como as recomendações de calagem são baseadas num calcário com PRNT 100%, precisamos fazer a correção (f):

$$F = 100/\text{PRNT}; f = 80/100 = 1,25$$

$$NC \text{ (t ha}^{-1}\text{)} = [(60-8,42) \times 5,46 \times 1,25]/100$$

$$NC \text{ (t ha}^{-1}\text{)} = 35/100 = 3,5 \text{ t ha}^{-1}.$$

2.6.6.3.1 Determinação da eficiência relativa

O poder de neutralização é a capacidade potencial total de bases neutralizantes contidos em corretivo de acidez, indica quantas vezes neutraliza a acidez do solo, baseado na substância padrão CaCO_3 (atribui-se índice 100, massa molecular igual a 100). Expresso em equivalente de carbonato de cálcio puro ($\%\text{CaCO}_3$) (BELLINGIERI; ALCARDE; SOUZA, 1989).

Massa Molecular (MM) dividido pela soma das cargas =

$$\frac{\text{MM}}{\text{Soma das cargas}} = \frac{100}{2} = 50 \text{ mol}_c$$

$$\text{Ca(OH)}_2 = 37 \text{ mol}_c = \frac{50}{37} = 1,35$$

100 kg Ca(OH)_2 tem poder de correção igual a 135 kg de CaCO_3 (Tabela 16).

Procedimento para determinação da eficiência relativa: Pesar 100 g da amostra de calcário e em seguida transferir para as peneiras, encaixadas umas sobre as outras, mantendo a de malha maior por cima. Agitar por 5 min em regulagem de 50 rpm. Retirar e pesar as frações retidas em cada peneira. Calcular o percentual que passa por cada peneira pela fórmula:

$$ER(\%) = A*0,0 + B*0,2 + C*0,6 + D*1,0$$

Onde:

A = g de calcário que fica retido na peneira 10;

B = g de calcário que fica retido na peneira 20;

C = g de calcário que fica retido na peneira 50;

D = g de calcário que passa pela peneira 50.

A Tabela 20 apresenta exemplos para verificação da eficiência relativa dos calcários.

Tabela 20 – Exemplo de determinação da eficiência relativa dos calcários

Peneira – nº ABNT	Retido (g)	Eficiência (%)	Eficiência relativa (%)
10	1	0	0,0
20	15	20	3,0
50	25	60	15,0
Passou na 50	59	100	59,0
Total	100g		77,0

Fonte: Adaptado de Coelho (2004).

Exemplo: Para realizar calagem você dispõe de um calcário (PN = 1,19), que foi passado por um conjunto de peneiras. Onde **1,0 g** de calcário ficou retida na peneira 10; **9 g** ficaram retidas na peneira 20; 20 g ficaram retidas na peneira 50 e o restante passou pela peneira 50. Com base nas informações, calcule: $ER(\%) = A*0,0 + B*0,2 + C*0,6 + D*1,0$.

$$ER(\%) = A*0,0 + B*0,2 + C*0,6 + D*1,0$$

$$ER(\%) = 1*0 + 9*0,2 + 20*0,6 + 70*1,0$$

$$ER(\%) = 0 + 1,8 + 12 + 70$$

$$ER(\%) = 83,80\%$$

2.7 USO DE GESSO NA AGRICULTURA

O gesso agrícola ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – sulfato de cálcio), um subproduto da indústria de fertilizantes fosfatados, que ocorre em forma similar também em jazidas, pode ser usado na melhoria do ambiente radicular em profundidade. Este produto quando aplicado ao solo, após dissolução, devido à sua rápida mobilidade na camada arável, irá se fixar abaixo desta, favorecendo o aprofundamento das raízes e permitindo às plantas superar veranicos e usar com mais eficiência os nutrientes aplicados ao solo (RAIJ et al., 1997; RIBEIRO; GUIMARÃES; ALVAREZ, 1999). Ao se aplicar gesso agrícola no solo, cuja acidez da camada arável foi corrigida com calcário, após sua dissolução o sulfato movimenta-se para camadas inferiores acompanhado por cátions, especialmente o cálcio. Com a movimentação de cátions para a subsuperfície, o teor de cálcio e magnésio aumenta e a toxidez de alumínio reduz, o que melhora o ambiente do solo para as raízes desenvolverem. Estes efeitos já são observados no ano agrícola de aplicação do gesso. A resposta do gesso agrícola como melhorador do ambiente radicular em profundidade tem sido observada para a maioria das culturas anuais (MALAVOLTA, 1981; ALCARDE, 2005).

2.7.1 Teste Biológico

O teste biológico consta de dois tratamentos (sem e com gesso) e é desenvolvido em quatro etapas:

- a) **1ª etapa:** Separar a amostra de solo seca ao ar em duas porções de aproximadamente 200 cm^3 (um copo). Em uma delas acrescentar uma colher de café com gesso agrícola, misturar bem o solo com o gesso e em seguida colocar no copo plástico (com pequenos furos na base), identificando a amostra e com presença de gesso. A outra porção, sem gesso, é colocada também em copo plástico igual ao anterior e identificada a amostra como sem gesso. Adicionar em cada copo um volume de água equivalente a $1/3$ de seu volume. Preparar 4 copos por tratamento (sem e com gesso);
- b) **2ª etapa:** Semear duas sementes de milho pré-germinadas em cada copo. Para pré-germinar as sementes, deve-se colocá-las em

papel toalha umedecido, enrolar o mesmo em forma de charuto, colocando-o em local sem incidência direta da luz solar e de forma que uma das pontas fique em contato com água, após cerca de quatro dias a pré-germinação estará concluída;

- c) **3ª etapa:** Transferir os copos para uma caixa que pode ser coberta com plástico transparente para evitar evaporação da água. A caixa deve permanecer por quatro dias em um lugar fresco e iluminado;
- d) **4ª etapa:** Após quatro dias, retirar as plantas de cada copo, alinhar as raízes e medir o comprimento das raízes principais, em centímetros, com uma régua comum. Anotar os valores ao lado da identificação da amostra (Figura 27).

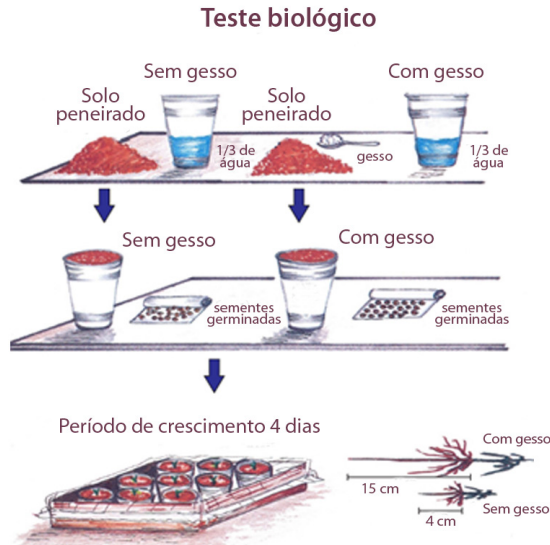


Figura 27 – Esquema do teste biológico para avaliar a necessidade de uso do gesso
Fonte: Sousa, Lobato e Rein (2005).

2.7.2 Interpretação do Teste

Dividir o valor médio obtido do comprimento das raízes com gesso pelo valor médio das raízes sem gesso. O gesso agrícola deverá ser utilizado toda vez que este índice for maior que 1,15. Na Figura 27 está representado um esquema do teste biológico para avaliar a necessidade do uso de gesso.

2.7.3 Quanto de Gesso Aplicar

Para se recomendar o gesso agrícola, é necessário conhecer o teor de argila do solo, de posse desse valor, o cálculo pode ser feito utilizando-se as fórmulas:

a) **culturas anuais:**

– D.G. (kg ha^{-1}) = 50 x Argila (%);

b) **culturas perenes:**

– D.G. (kg ha^{-1}) = 75 x Argila (%);

– D.G. = dose de gesso agrícola com 15% de enxofre;

Observação: As doses de gesso recomendadas por estes critérios apresentam efeito residual de, no mínimo, 5 anos, podendo se estender até 15 anos, dependendo do solo.

– D.G. (kg ha^{-1}) = 75 x Argila (%);

– D.G. = dose de gesso agrícola com 15% de enxofre.

Observação: As doses de gesso recomendadas por estes critérios apresentam efeito residual de, no mínimo, 5 anos, podendo se estender até 15 anos, dependendo do solo (SOUSA; LOBATO; REIN, 2005).



3

METODOLOGIA PARA PREPARO DOS REAGENTES





3.1 METODOLOGIA PARA PREPARO DOS REAGENTES QUANDO NÃO SÃO APRESENTADOS OS PROCEDIMENTOS

No momento da análise, muitos reagentes destinados ao trabalho encontram-se puros; e, para que a análise seja possível, os reagentes devem apresentar diferentes concentrações. As próximas seções abordam a metodologia de preparo desses reagentes nas concentrações em molaridade, normalidade e ainda diluição.

3.1.1 Determinação da Molaridade ou Concentração Molar (M ou mol L^{-1})

$$\eta = \frac{m}{M \times V} \Rightarrow \text{mol L}^{-1}$$

Onde:

η = concentração molar ou molaridade (mol L^{-1});

m = massa (g);

MM = massa molecular (g mol^{-1});

MM = massa atômica \times N° de átomos na molécula;

V = volume da solução (L).

Exemplo: Deseja-se preparar 1 L de solução de HCl $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, cuja densidade é $1,18 \text{ g cm}^{-3}$ e pureza de 37%.

Dados:

Massas atômicas $H = 1$; $Cl = 35,5$

MM do $\text{HCl} = 1 \times 1 + 35,5 \times 1 = 36,5 \text{ g mol}^{-1}$

$$\eta = \frac{m}{M \times V} \Rightarrow \text{mol L}^{-1}$$

$$0,5 = \frac{m}{36,5 \times 1} \Rightarrow m = 18,25\text{g}$$

Como o ácido clorídrico é líquido, precisa-se encontrar o quando equivale em volume a massa de 18,25 g através da densidade.

$$d = \frac{m}{V} \Rightarrow 1,18 = \frac{18,28}{V} \Rightarrow V = 15,46 \text{ mL ou } 15,5 \text{ mL}$$

Onde:

d = densidade (g cm^{-3});

m = massa (g);

V = volume (L).

Há de se considerar também que o ácido clorídrico apresenta pureza de 37%. Para isso utiliza-se de regra de três:

$$\begin{array}{l} 15,5\text{mL} \text{ ----- } 37\% \\ x \text{ ----- } 100\% \\ x = 41,89\text{mL ou } 41,9\text{mL} \end{array}$$

Para preparar 1 L de solução $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ de HCl , basta medir 41,9 mL de HCl e completar a 1 L de água destilada ou deionizada.

3.1.2 Transformação de Concentração Molar ou Molaridade em Normalidade

$$N = \text{molaridade} \times \text{valência}$$

Exemplo: Transformar $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ de H_3PO_4 em normalidade.

$$N = \text{molaridade} \times \text{valência} \Rightarrow N = 0,5 \times 3 = 1,5 \text{ N.}$$

Exemplos:

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 1 \text{ mol L}^{-1} = 2 \text{ N (valência 2)}$$

$$\text{HCl} \text{ } 1 \text{ mol L}^{-1} = 1 \text{ N (valência 1)}$$

3.1.3 Determinação de Concentração em Normalidade

$$N = \frac{m}{\text{Eq}_g \times V} \Rightarrow \text{Eq}_g \text{L}^{-1} \text{ ou } N$$

Onde:

N = normalidade (N);

M = massa (g);

Eq_g = equivalente grama (g);

$$\text{Eq}_g = \frac{\text{MM}}{X}, \text{ onde } X \text{ é variável, e depende da função inorgânica.}$$

Se for:

- ácido X = número de H^+ ionizáveis (Exceção: $\text{H}_2\text{PO}_3 - 1\text{H}^+$ e $\text{H}_3\text{PO}_3 - 2\text{H}^+$);
- bases X = número de íons hidróxido (OH^-);
- sais X = carga total ou somatório das cargas positivas ou negativas;
- elemento X = módulo da carga íon.

Exemplo: Qual o volume de HCl ($d = 1,18 \text{ g cm}^{-3}$ e pureza 37%) deve ser utilizado para preparar 1 L de solução 2 N?

$$N = \frac{m}{\text{Eq}_g \times V} \Rightarrow \text{Eq}_g \text{L}^{-1} \text{ ou } N$$

$$2 = \frac{m}{36,5 \times 1} = m = 73\text{g}$$

$$d = \frac{m}{V} \Rightarrow 1,18 = \frac{73}{V} \Rightarrow V = 61,8 \text{ mL}$$

Onde:

d = densidade (g cm^{-3});

m = massa (g);

V = volume (mL).

3.1.4 Diluição para Preparar Soluções

Deseja-se preparar 200 mL de solução $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ a partir de uma solução 2 mol L^{-1} . Qual o volume utilizado da solução estoque.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Onde:

C_1 = concentração da solução inicial;

V_1 = volume que se deve retirar da solução inicial;

C_2 = concentração desejada, neste caso $0,5 \text{ mol L}^{-1}$;

V_2 = volume que se quer obter, neste caso 200 mL.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$2 \times V_1 = 0,5 \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

Logo devemos tirar 50 mL da solução estoque 2 mol L^{-1} e completar o volume para 200 mL com água destilada.

3.1.5 Transformar Concentração Comum (g L^{-1}) em Concentração Molar (Molaridade – mol L^{-1})

$$C = \eta \times MM$$

Onde:

C = concentração comum (g L^{-1});

η = concentração molar ou molaridade (mol L^{-1});

MM = massa molar (g mol^{-1}).

3.1.6 Transformar Porcentagem em Concentração Molar (Molaridade – mol L⁻¹)

Exemplo 1: 0,9% de NaCl em mol L⁻¹

0,9% = 0,9 g em 100 mL ou 9 g em 1 L.

$$n = \frac{m(\text{g})}{\text{MM} (\text{g mol}^{-1})}$$

$$n = \frac{9}{58,5 (\text{mol NaCl})} = 0,154 \text{ g mol}^{-1}$$

Exemplo 2: 50% de H₂SO₄ em mol L⁻¹

50% = 50 g em 100 mL ou 500 g em 1 L

$$n = \frac{m(\text{g})}{\text{MM} (\text{g mol}^{-1})}$$

$$n = \frac{m(\text{g})}{98 (\text{mol H}_2\text{SO}_4)} = m ?$$

$$d = \frac{m}{V} \Rightarrow 1,84 = \frac{m}{500} \Rightarrow m = 920 \text{ g}$$

$$n = \frac{920 (\text{g})}{98 (\text{mol H}_2\text{SO}_4)} = 9,38 \text{ g mol}^{-1}$$



4

POTÁSSIO E FÓSFORO NO SOLO





4.1 DETERMINAÇÃO DE POTÁSSIO DISPONÍVEL NO SOLO

É o segundo nutriente mais consumido como fertilizante pela agricultura brasileira. Praticamente só há um adubo potássico de grande importância (KCl). O comportamento do potássio no solo tropical é relativamente simples; 90% do potássio no solo é transportado por difusão. O potássio é um elemento muito abundante em rochas e em solos. Os teores totais, em solos bem supridos, podem superar 1%. Grande parte desse potássio encontra-se em minerais que contêm o elemento nas estruturas cristalinas (MEURER, 2010; RAIJ et al., 2001).

O potássio é absorvido pelas plantas da solução do solo, na forma iônica de K^+ . A absorção depende principalmente da difusão do elemento, através da solução do solo e, em proporção menor, de fluxo de massa. O potássio tem alguma semelhança com o fósforo, no que diz respeito ao transporte no solo, pois os dois nutrientes dependem de difusão para chegar na superfície das raízes. Admite-se que o teor trocável é disponível para as plantas, sendo a principal fonte para reposição do K da solução, que é absorvido pelas plantas. O potássio apresenta em geral alta solubilidade, os teores de K^+ na solução do solo podem atingir concentrações bastante elevadas, dependendo do teor de ânions presentes (COSTA; OLIVEIRA, 2001; TEDESCO et al., 1995).

4.1.1 Método por Fotometria de Chama com Extrator Mehlich-1

Para a determinação da concentração de potássio, a seção seguinte apresenta a metodologia utilizando extrator Mehlich-1 e o equipamento fotômetro de chama.

4.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes

Solução de HCl 1 mol L⁻¹: transferir 83,3 mL de HCl concentrado (37%) para frasco de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução de H₂SO₄ 0,5 mol L⁻¹: transferir 27,7 mL de H₂SO₄ concentrado (96%) para frasco de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução de Mehlich (H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹ + HCl 0,05 mol L⁻¹): transferir 25

mL da solução de H_2SO_4 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ e 50 mL de HCl 1 mol L^{-1} para balão de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução de padrão de K^+ 1000 mg L^{-1} : transferir 1,907 g KCl p.a previamente secado em estufa a 105°C e esfriado no dessecador, para balão volumétrico de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução padrão de K^+ 0, 5, 10, 40 e 50 mg L^{-1} : verificar Sequência para a curva de calibração para K, usando 6 balões de 100 mL e transferir 0,0, 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 e 5,0 mL da solução de K^+ 1000 mg L^{-1} para o balão de 100 mL, adicionar 5, 4,5, 4, 3, 1 e 0 mL de H_2O e completar volume com solução Mehlich. Estas soluções conterão 0, 5, 10, 20, 40 e 50 mg L^{-1} de K^+ (SILVA, 2009).

4.1.1.2 Curva de calibração para determinação do potássio utilizando fotômetro de chama

Preparar conforme a Sequência para a curva de calibração para K, estes padrões conterão respectivamente: 0,0; 5,0; 10; 20, 40 e 50 mg L^{-1} de K.

4.1.1.2.1 Sequência para a curva de calibração para K



$C = 0 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
0 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 5 mL de H_2O .



$C = 5 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
0,5 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 4,5 mL de H_2O ;



$C = 10 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
1,0 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 4 mL de H_2O .



$C = 20 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
2,0 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 3 mL de H_2O .



$C = 40 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
4,0 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 1 mL de H_2O .



$C = 50 \text{ mg L}^{-1} \text{ K}$
5,0 mL de solução padrão de 1000 mg L^{-1} ; 0 mL de H_2O

Observação: Completar o volume do balão com 95 mL do extrator Mehlich.

4.1.1.2.2 Sequência teórica para construção da curva

Em seis balões volumétricos de 100 mL de capacidade, adicionar respectivamente a solução padrão, a água destilada e finalmente o extrator. Fazer a leitura em leitura de concentração em fotômetro de chama. Com as concentrações de 0,0; 5; 10; 20; 40 e 50 mg L⁻¹ construa a curva colocando as mesmas na abscissa (x) e a leitura do fotômetro nas ordenadas (y), obtendo assim a equação da curva de calibração, utilizando a equação linear:

$$y = a + bx$$

Onde:

b = coeficiente linear da curva de calibração;

a = coeficiente angular da curva de calibração.

A curva de calibração é a representação gráfica da relação entre os valores das radiações emitidas a um dado comprimento de onda; é proporcional aos valores das concentrações de um conjunto de soluções padrão. A curva de calibração demonstra a linearidade da reação até uma determinada concentração, na qual pode ser determinado um fator de calibração (x) de acordo com a Lei de Beer. Como a reação segue estritamente a Lei de Beer, basta determinar um fator (x) para cálculo dos resultados.

4.1.1.2.3 Exemplo de equação da curva de calibração

$$y = 2,59 x + 4,44 (R^2 = 0,9987)$$

4.1.1.3 Procedimento para extração

Transferir 5 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 125 mL, em seguida adicionar 50 mL da solução de Mehlich-1. Agitar durante 5 min e decantar durante uma noite.

4.1.1.4 Procedimento para determinação por fotometria de chama

Transferir 20 mL do extrato para copo de café descartável e efetuar leitura no fotômetro de chama. Anotar o valor.

4.1.1.5 Equação da curva de calibração

$$y = 2,59 x + 4,44$$

Leitura no fotômetro:

$$y = 31,9$$

$$y = 2,59x + 4,44$$

$$31,9 - 4,44 = 2,59x$$

$$24,46 = 2,59x$$

$$x = 9,44 \text{ (concentração)}$$

4.1.1.6 Cálculo da concentração final

$K^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = \text{concentração} \times (\text{ajustado pela equação de calibração}) \times 0,0256$

$K^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = 9,44 \times 0,0256 = 0,24 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ (este teor é considerado alto para solo argiloso na cultura da soja) (Tabela 22).

Fator diluição (FD): 5 cm^3 solo ----- 50 mL do extrator

$$FD = 10$$

$$\frac{FD}{390} = \frac{10}{390} = 0,0256 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$$

4.1.2 Método por Espectrometria de Absorção Atômica com Extrator Mehlich-1

Para a determinação da concentração de potássio, na sequência tem-se a metodologia utilizando extrator Mehlich-1 e o equipamento espectrômetro de absorção atômica.

4.1.2.1 Procedimento para determinação por espectrometria de absorção atômica

Transferir 0,2 mL de alíquota do extrato (5 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 125 mL, em seguida adicionar 50 mL da solução de Mehlich-1. Agitar durante 5 min e decantar durante uma noite) para copo de café descartável, em seguida adicionar 4,8 mL de água destilada. Efetuar a leitura no espectrofotômetro de absorção atômica (760 nm) (RAIJ, 1991; SILVA, 2009).

4.1.2.2 Cálculo

Fator diluição: 5 cm³ solo ----- 50 mL do extrato (0,2 mL ----- 5 mL)

$$FD = 10 \times 25 = 250 \quad (10) \quad (25)$$

A Tabela 21 apresenta a curva padrão para posterior leitura em espectrofotômetro de absorção atômica.

Tabela 21 – Curva padrão de potássio para espectrofotômetro de absorção atômica

Concentração de K (mg L ⁻¹)	Volume (mL) da solução padrão de 1000 mg L ⁻¹	Volume (mL) do extrator Mehlich	Volume H ₂ O (mL)	Leitura absorbância
0,0	0,0	4,0	Completar volume com H ₂ O destilada para balão de 100 mL	-0,002
0,4	0,4	4,0		0,232
0,8	0,8	4,0		0,356
1,2	1,2	4,0		0,453
1,6	1,6	4,0		0,566

Fonte: Lana et al. (2010).

Extrator

0,2 mL -----5 mL

x -----100 mL

x = 4,0 mL

$K^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = \text{concentração} \times 0,641$

$K^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = 0,44 \times 0,641 = 0,28 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ (este teor é considerado alto para solo argiloso na cultura da soja, Tabela 22).

FD = 250

$$\frac{\text{FD}}{390} = \frac{250}{390} = 0,641 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$$

4.1.2.3 Interpretação dos resultados

Na Tabela 22 estão os níveis ou classes para os teores de potássio disponíveis no solo com extrator Mehlich-1 para culturas do estado do Paraná.

Tabela 22 – Níveis de interpretação dos teores de potássio (K^+) disponível no solo extraído com Mehlich-1 para as culturas do estado do Paraná

Níveis ou classes	Cultura						
	Soja		Milho		Algodão	Feijão	Trigo
	Argiloso ¹	Arenoso ¹	Normal e safrinha	Argiloso e arenoso ¹			
	----- $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ -----						
Baixo	≤0,10	≤0,25	≤0,10	≤0,15	≤0,12	≤0,10	≤0,10
Médio	0,11-0,20	0,26-0,50	0,11-0,30	0,16-0,40	0,13-0,24	0,11-0,30	0,11-0,30
Alto	0,21-0,30	≥0,51	≥0,31	≥0,41	≥0,25	0,31-0,60	≥0,31
Muito alto	≥0,31	----	----	----	----	≥0,61	----

Fonte: Costa e Oliveira (2001).

Nota: ¹ Solos argilosos com teores de argila ≥ 360 g ha⁻¹ e arenosos ≤350 g ha⁻¹.

4.2 DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO DISPONÍVEL NO SOLO

A solução extratora de Mehlich-1, também chamada de solução duplo-ácida, é constituída por uma mistura de $\text{HCl } 0,05 \text{ mol L}^{-1} + \text{H}_2\text{SO}_4 0,0125 \text{ mol L}^{-1}$. O emprego dessa solução como extratora de fósforo, potássio, sódio e micronutrientes do solo baseia-se na solubilização desses elementos pelo

efeito do pH, entre 2 e 3, sendo o papel do SO_4^{-2} o de restringir o processo de readsorção dos fosfatos recém-extraídos (SILVA, 2009).

O fósforo no solo encontra-se na solução como íons ortofosfatos, derivados do ácido ortofosfórico (H_3PO_4), que pode ocorrer no solo em formas orgânicas ou inorgânicas, e a forma inorgânica eleva-se com o aumento da MO e diminuição do pH (GIANELLO; BISSANI; TEDESCO, 1995).

O fósforo pode ser encontrado nas seguintes condições (GIANELLO; BISSANI; TEDESCO, 1995):

- a) fixado: forma inorgânica e fortemente adsorvido ao solo, geralmente ligado ao Al, Fe e Ca dos minerais de argila;
- b) disponível: forma inorgânica e está fracamente adsorvido ou presente na solução do solo;
- c) solúvel: forma inorgânica, e disponível as plantas e está nas formas H_2PO_4^- , HPO_4^{-2} , PO_4^{-3} ;
- d) orgânico: refere-se ao fósforo ligado aos compostos orgânicos, como ácidos nucleicos e fosfolipídeos.

A avaliação do P disponível tem sido feita por meio do uso de soluções diluídas (ácidas ou básicas) e também pela resina de troca de aniônica. O P extraível vem todo do P adsorvido porque o P solução é muito pequeno. Na verdade, é apenas uma fração do P adsorvido, podendo esta fração variar de solo para solo, para um mesmo extrator (ALVAREZ et al., 2000).

Os **principais extratores** são:

- a) Mehlich-1: P-Ca >>> P-Fe > P-Al (H_2SO_4 0,0125 mol L⁻¹ + HCl 0,05 mol L⁻¹);
- b) Bray-1: P-Al >>> P-Fe (NH_4F 0,05 mol L⁻¹ + HCl 0,025 mol L⁻¹);
- c) Bray-2: P-Ca >>> P-Al > P-Fe (NH_4F 0,03 mol L⁻¹ + HCl 0,10 mol L⁻¹);
- d) Olsen: P-Al >>> P-Fe (NaHCO_3 0,5 mol L⁻¹);
- e) resina de troca aniônica.

Os extratores ácidos dissolvem, predominantemente, o P ligado ao Ca e quantidades menores de P ligado a Fe e Al, em razão das diferenças de solubilidade desses fosfatos. Em virtude de se extrair pouco P ligado a Fe e Al, obtém-se, comumente, um valor baixo de P em solos argilosos, mesmo

os que vêm sendo adubados com fosfatos solúveis em água ao longo dos anos e nos quais as culturas produzem bem. Entretanto, os extratores ácidos extraem excessivamente o P dos solos que receberam aplicação de fosfatos naturais, e essa porção não fica disponível para as plantas. Um dos métodos que vem apresentando bons resultados para a determinação do P disponível é o que utiliza na extração a resina trocadora de ânions (AMBERLITE – IRA-400) saturada com bicarbonato (QUAGGIO, 1986).

Observação: Fósforo lábil tem origem em estudos de trocas isotópicas com P^{32} . É considerado como o P disponível. É importante ser avaliado, não importando a qual metal esteja ligado, Fe, Al e Ca, pois são os principais elementos químicos que interagem com o fósforo em solo e controlam sua disponibilidade para as plantas. Por essa razão, a elevação do pH do solo através da calagem aumenta a disponibilidade de P para as plantas (RAIJ et al., 2001).

4.2.1 Método por Espectrometria de Absorção Molecular com Extrator Mehlich-1

Para a determinação da concentração do fósforo, apresentase a metodologia utilizando extrator Mehlich-1 por espectrômetro de absorção molecular.

4.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução de HCl 1 mol L⁻¹: transferir 83,3 mL de HCl (37%) para frasco de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução de H₂SO₄ 0,5 mol L⁻¹: transferir 27,7 mL de H₂SO₄ concentrado (96%) para frasco de 1000 mL e completar volume com água destilada.

Solução de Mehlich-1 (H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹ + HCl 0,05 mol L⁻¹): transferir 25 mL da solução de H₂SO₄ 0,5 mol L⁻¹ e 50 mL de HCl 1 mol L⁻¹ para frasco de 1000 mL e completar o volume com água destilada.

Reagente 725: Solução A: dissolver 20 g de $(\text{NH}_4^+)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a em 200 mL de água num béquer. **Solução B:** em outro béquer contendo 500 mL de H_2O , dissolver 1 g de subcarbonato de bismuto ($(\text{BiO})_2\text{CO}_3\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) e adicionar 139 mL de H_2SO_4 concentrado. Esfriar, misturar as duas soluções em balão de 1000 mL e completar o volume com H_2O deionizada (solução 725).

Reagente de Trabalho (RT) – (500 mL): pesar 0,67g de ácido ascórbico e 83,33 mL de reagente 725 e completar o volume com 500 mL de água destilada. Este reagente deve ser preparado na hora da utilização (SILVA, 2009).

Preparo do reagente de trabalho: prepara-se no máximo 10 mL (2 mL de alíquota + 8 mL de RT):

- a) mL de alíquota do extrato;
 - b) 1,0 mL de 725;
 - c) 0,4 mL de vitamina C = 0,008 g;
 - d) 6,6 mL de H_2O .
- } 8 mL de RT

2 g ----- 100 mL	0,008 g ----- 6 mL RT	1 mL 725 ----- 6 mL
X ----- 0,4 mL	X ----- 500 mL	X ----- 500 mL
X = 0,008 g	X = 0,67 g vitamina C	X = 83,3 mL

Solução padrão de fósforo 100 mg L⁻¹: pesar exatamente 0,439 g de KH_2PO_4 p.a (seco em estufa por 2 h a 70 – 80°C e resfriado em dessecador) em balão volumétrico de 1000 mL, adiciona r 3 mL de H_2SO_4 p.a concentrado e completar o volume com água destilada (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997; RAIJ et al., 2001).

Observação: Lembrando que a massa molar de KH_2PO_4 é de 136,1 g, o que corresponde a 31 g de P, então, para se obter 0,1 g L⁻¹ de P, pesa-se 0,439 g de KH_2PO_4 .

4.2.1.2 Curva de calibração para determinação de fósforo por espectrometria de absorção molecular

Para a solução de 10 mg L⁻¹ de P, pipete 10 mL da solução 100 mg L⁻¹ de P e complete com água destilada em balão de 100 mL. Fazer a curva conforme Tabela 23.

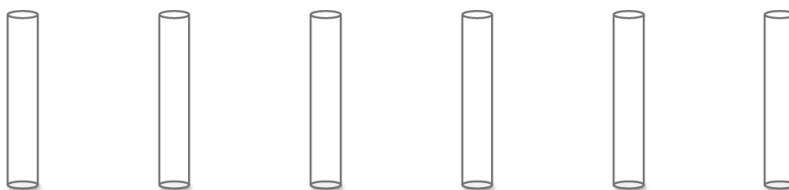
Tabela 23 – Curva de calibração para fósforo

Concentração	Solução 10 mg L ⁻¹ de P	H ₂ O (mL)	Extrator (HClO ₄ + HNO ₃) (mL)	RT (mL)
0,0	0,0	2,0	2,0	6,0
0,4	0,4	1,6	2,0	6,0
0,8	0,8	1,2	2,0	6,0
1,2	1,2	0,8	2,0	6,0
1,6	1,6	0,4	2,0	6,0
2,0	2,0	0,0	2,0	6,0

Fonte: Lana et al. (2010).

4.2.1.3 Sequência para construção da curva

Em seis tubos de ensaios de 10 mL, adicionar respectivamente com o auxílio de buretas ou pipetas (solução de P, extrator, RT e H₂O).



2,0 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,0 mL de solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

1,6 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,4 mL de solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

1,2 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,8 mL de solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

0,8 mL de H₂O
2,0 mL extrator
1,2 mL de solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

0,4 mL de H₂O
2,0 mL
extrator
1,6 mL de
solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

0,0 mL de H₂O
2,0 mL extrator
2,0 mL de
solução
10 mg L⁻¹ de P
6 mL de RT

Fazer a leitura em leitura de absorvância em espectrofotômetro a 725 nm.

Com as concentrações de 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 e 2,0 mg L⁻¹ construa a curva colocando as mesmas na abscissa (x) e a leitura do espectrofotômetro nas ordenadas, obtendo assim a equação da curva de calibração.

4.2.1.4 Procedimento para extração

Transferir 5 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 125 mL e adicionar 50 mL da solução de Mehlich-1 e agitar a 250 rpm durante 5 min e decantar durante uma noite.

4.2.1.5 Procedimento para determinação

Pipetar 2 mL do sobrenadante em tubos de ensaio de 30 mL e adicionar 6 mL do reagente de Trabalho (RT) e 2 mL de água destilada. Aguardar 30 min e proceder leitura em espectrofotômetro a 725 nm. Repetir a leitura três vezes e efetuar a média.

4.2.1.6 Cálculo

$$\text{Fator de diluição: } \frac{50 \text{ mL}}{5 \text{ cm}^3} * \frac{10 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} = 50$$

Concentração (mg dm⁻³) = concentração x (ajustada pela equação da curva) x 50

4.2.1.6.1 Exemplo da curva de calibração

$$y = 0,2426 x + 0,0065 \quad R^2 = 0,9987$$

Leitura no espectro $y = 0,042$

$$0,042 - 0,0065 = 0,2426 x$$

$$0,0355 = 0,2426x$$

$$x = 0,146 \text{ (concentração)}$$

Concentração final = concentração x x fator de diluição

Concentração = $0,146 \times 50 = 7,31 \text{ mg dm}^{-3}$ (este teor é considerado alto para solo argiloso na cultura da soja).

4.2.1.7 Intepretação dos resultados

Na Tabela 24 são apresentados os níveis de interpretação do fósforo (P) na análise de solo para as culturas (Método – Mehlich-1).

Tabela 24 – Níveis de interpretação do fósforo (P) na análise de solo para as culturas (Método – Mehlich-1)

Níveis ou classes	Cultura								
	Soja		Milho		Safrinha	Algodão		Feijão	Trigo
	Argiloso ¹	Arenoso ¹	Normal	Arenoso ¹		Argiloso ¹	Arenoso ¹		
	Argiloso ¹	Arenoso ¹	Argiloso ¹	Arenoso ¹		Argiloso ¹	Arenoso ¹		
	----- mg dm ⁻³ -----								
Muito baixo	---	≤5,0	---	---	---	---	---	---	---
Baixo	≤3,0	5,1-10,0	≤2,0	≤3,0	≤2,0	≤3,0	≤5,0	≤2,0	≤4,0
Médio	3,1-6,0	10,1-14,0	2,1-4,5	3,1-9,0	2,1-4,5	3,1-8,0	5,1-11,0	2,1-5,0	4,1-9,0
Alto	6,1-9,0	≤14,4	4,6-11,0	9,1-36,0	4,6-11,0	≥8,1	≥11,1	5,1-13,0	≥9,1
Muito alto	≥9,1	---	≥11,1	≥36,1	≥11,1	---	---	≥13,1	---

Fonte: Costa e Oliveira (2001).

Nota: ¹ Solos argilosos com teores de argila ≥ 360 g ha⁻¹ e arenosos ≤350 g ha⁻¹.

5

MATÉRIA ORGÂNICA

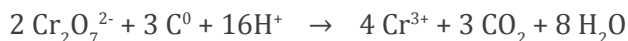




5.1 DETERMINAÇÃO DE MATÉRIA ORGÂNICA

Os compostos hexavalentes de Cromo são geralmente mais tóxicos do que os trivalentes e podem ser fatais se absorvidos através da pele, ingeridos ou inalados. O Cromo VI é agente cancerígeno em humanos, alergênico e irritante ocular e do trato respiratório e, ainda, pode agir como sensibilizante (SILVA, 2009). Para **proteção pessoal**: óculos de proteção, luvas, boa ventilação e tratar como carcinogênico.

A determinação da quantidade de matéria orgânica em solos baseia-se na oxidação a CO_2 por íons dicromato em meio fortemente ácido. Em amostras que requeiram maior precisão, a determinação da quantidade de íons Cr^{3+} reduzida é feita indiretamente, por titulação dos íons dicromato com excesso, com íons Fe^{2+} . Alternativamente, pode-se determinar diretamente a quantidade de íons Cr^{3+} por colorimetria, medindo-se a intensidade da cor esverdeada produzida por esses íons em solução. A determinação por colorimetria, normalmente usada em rotina, requer a montagem de uma curva-padrão de calibração. Essa curva é feita com uma série de amostras de solo, nas quais o teor de matéria orgânica é determinado por titulação, que representa maior precisão. Nos dois casos a oxidação da matéria orgânica dá-se pela reação:



Na reação, considera-se o dicromato reduzido equivalente ao carbono orgânico existente na amostra de solo, e o excesso de dicromato é titulado com íons Fe^{2+} obtidos a partir de uma solução padronizada de sulfato ferroso amoniacal.



(QUAGGIO; RAIJ, 1979).

Na determinação por titulação, a quantidade de carbono orgânico é obtida pela diferença entre a quantidade de Fe^{2+} gasta na titulação da prova em branco (Cr^{+6} total adicionado) e aquela gasta na titulação do dicromato que restou após a oxidação do carbono da amostra. Convém frisar que esse método assume que todo o carbono da matéria orgânica está no estado de oxidação zero (NELSON; SOMMERS, 1982).

5.1.1 Método Volumétrico

O método volumétrico consiste na medida do volume de uma solução, de concentração exatamente conhecida, que reagirá completamente com uma outra solução que se deseja quantificar, ou vice-versa.

5.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$, 0,167 mol L⁻¹): dissolver 49,04 g de $K_2Cr_2O_7$ (seco a 105°C por duas horas) em 1 litro de água destilada.

Ácido ortofosfórico concentrado (H_3PO_4): mínimo 85%.

Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4): mínimo 95%.

Solução de sulfato ferroso amoniacal ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, 0,4 mol L⁻¹): dissolver 157 g em água destilada, contendo 20 mL de H_2SO_4 concentrado, esfriar e diluir para 1 litro. Padronizar frequentemente a solução titulando contra 10 mL de $K_2Cr_2O_7$ 1 mol L⁻¹; ou **Solução de sulfato ferroso ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$, 1 mol L⁻¹):** dissolver 280 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ em 400 mL de água destilada, adicionar 80 mL de H_2SO_4 concentrado, esfriar e diluir para 1 litro. Padronizar frequentemente a solução titulando contra 10 mL de $K_2Cr_2O_7$ 0,167 mol L⁻¹.

Indicador Ferroin (complexo ortofenantrolina – $FeSO_4$, 0,025 mol L⁻¹): dissolver 1,485 g de ortofenantrolina e 0,695 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ em água e completar o volume para 100 mL ou **Solução de difenilamina 1%:** dissolver 1 g de difenilamina em 100 mL de H_2SO_4 concentrado (RAIJ et al., 2001; TEDESCO et al., 1995).

5.1.1.2 Procedimento analítico

Oxidação da matéria orgânica: Transferir 1,0 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 10 mL da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,167 mol L⁻¹ e 10 mL de H_2SO_4 concentrado. Agitar manualmente por um minuto e deixar resfriando durante 30 min.

Titulação com sulfato ferroso: No mesmo erlenmeyer adicionar 50 mL de água destilada, 3 mL de H_3PO_4 e 3 a 6 gotas do indicador ferroin ou 0,5 mL de difenilamina 1%. Titular lentamente com a solução de sulfato ferroso

ou sulfato ferroso amoniacal até a viragem da coloração azul para verde. Caso a coloração se torne verde antes da titulação, adicionar mais 10 mL de dicromato de potássio e ácido sulfúrico. A viragem se dá com uma gota. Viragem da cor: marrom esverdeado – verde musgo – azul intenso – verde.

Observação: Castanho escuro, quando colocado contra a luz, apresenta tons avermelhados, a viragem aparece a cor verde oliva escuro verde menta. Se for material vegetal ou solo com muita matéria orgânica, a coloração após a adição de indicador é azul marinho ou azul **Bic** (TEDESCO et al., 1995).

Importante: A adição de ácido fosfórico (10 mL) e água abundante (200 mL) ajuda visualizar a viragem da cor do indicador. O ácido fosfórico elimina a cor amarela da solução devida aos íons Fe^{3+} , por meio da formação do complexo $[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]$, incolor (SILVA, 2009).

Prova em Branco: Pipetar 10 mL da solução de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,167 mol L^{-1} e adicionar 10 mL de H_2SO_4 concentrado e esfriar. Após, adicionar 50 mL de água destilada, 3 mL de H_3PO_4 concentrado e 0,5 mL do indicador. Titular com a solução de sulfato ferroso (FeSO_4) ou sulfato ferroso amoniacal. Devido à instabilidade da solução de sulfato ferroso, a sua concentração deve ser determinada toda vez que é utilizada, fazendo-se um ensaio em branco com 10 mL de bicromato de potássio. Com o resultado da titulação do branco calcular um novo fator.

5.1.1.3 Padronização do sulfato ferroso ou sulfato ferroso amoniacal

É padronizado por meio da titulação da prova em branco (todos os reagentes da marcha acima, sem o solo). O cálculo é feito por:

$$C_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{10 \cdot 0,167 \cdot 6}{V_b}$$

Onde:

$C_{\text{Fe}^{+2}}$ = concentração, em mol L^{-1} (ou mmol L^{-1}) de Fe^{+2} na solução padronizada de sulfato ferroso ou sulfato ferroso amoniacal, para a reação com o dicromato de potássio;

V_b = volume de sulfato ferroso, em mL, gasto na titulação do branco;

Os fatores multiplicativos correspondem ao volume de dicromato (10), em mL, à concentração da solução de dicromato (0,167), em mol L⁻¹, e ao número de elétrons transferidos (6) no processo de redução Cr⁶⁺ para Cr³⁺ (TEDESCO et al., 1995).

5.1.1.4 Cálculo do teor de matéria orgânica

$$MO = \frac{(V_b - V_a) \cdot C_{Fe^{+2}} \cdot 0,003 \cdot 1,33 \cdot 1,724 \cdot 1000}{V_{solo}}$$

Onde:

MO = matéria orgânica (g dm⁻³);

V_a = volume de sulfato ferroso em mL, gasto na titulação da amostra de solo;

V_b = volume de sulfato ferroso em mL, gasto na titulação da amostra em branco;

V_{solo} = volume de solo medido, em cm³.

Os fatores multiplicativos são:

- 0,003**, em g mmol⁻¹, referente à razão [(0,001 x 12)/4] onde, 12 é a massa molar do carbono (g mol⁻¹), **0,001** é o fator para transformar g mmol⁻¹ e 4 é o número de elétrons na oxidação da MO [C(0) C(4), na forma de CO₂];
- 1,33**, o fator de correção para oxidação apenas parcial da MO; **1,724**, o fator proposto por van Bemmelen, para converter o teor de C orgânico em teor de MO; **1000**, o fator para transformar cm³ em dm³ de solo (RAIJ et al., 2001).

5.1.1.5 Cálculo para determinação do carbono orgânico do solo

$$\%C = \frac{(10 - V_a) \times f \times C_{FeSO_4} \times 0,3896}{g}$$

$$f = \frac{V_{K_2Cr_2O_7} * C_{K_2Cr_2O_7}}{V_B * C_{FeSO_4}}$$

Onde:

V_A = volume de $FeSO_4$ (mol L^{-1}), gasto na amostra;

V_B = volume de $FeSO_4$ (mol L^{-1}), gasto na prova em branco;

$V_{K_2Cr_2O_7}$ = volume de dicromato usado (10 mL);

f = fator de correção da solução de $FeSO_4$;

C_{FeSO_4} = concentração do sulfato ferroso amoniacal (mol L^{-1});

$C_{K_2Cr_2O_7}$ = concentração do dicromato de potássio (mol L^{-1});

0,3896 é o valor obtido da relação 0,30/0,77, onde 0,30 = é o equivalente grama de C em 100 g e 0,77 = indica a eficiência do método (77%);

g = peso da amostra.

5.1.1.5.1 Matéria orgânica

$$(g\ kg^{-1}) = C (\%) \times 1,724$$

A porcentagem de MO é calculada multiplicando-se o resultado do Carbono orgânico por 1,724, pois se admite que na composição média dos compostos orgânicos do solo, o carbono participe com 58%.

Se se considerar uma recuperação de matéria orgânica do solo como sendo apenas de 75%, como proposto por Walkley e Black (1934), os resultados devem ser multiplicados pelo fator 1,33.

O fator de correção calcula-se:

$$f_c = \frac{C_s \times V_s}{C_p \times V_p}$$

Onde:

F_c = fator de correção;

C_s e V_s = concentração da solução usada para padronizar (mol L^{-1} e mL);

C_p e V_p = concentração da solução a ser padronizada (mol L^{-1} e mL).

O fator de correção do solo:

$$f_s = \frac{\text{TFSA}}{\text{TFSE}}$$

Onde:

F_s = fator de correção para solo;

TFSA = terra fina seca ao ar;

TFSE = terra fina seca em estufa.

Ou ainda:

$$C_R \times V_R = C_T \times V_T \quad f = \frac{C_R}{C_T}$$

Onde:

C_R = concentração real da solução usada para padronizar;

V_R = volume usado para padronizar (mL);

C_T = concentração teórica da solução que será padronizada;

V_T = volume gasto na titulação para padronizar (mL).

5.1.1.6 Interpretação dos resultados

A Tabela 25 apresenta os níveis ou classes de interpretação da matéria orgânica no solo.

Tabela 25 – Níveis de interpretação da matéria orgânica na análise do solo

Níveis ou classes	Carbono	Matéria orgânica	Observação
	----- g dm ⁻³ -----		
Muito baixo	≤8	≤14	Para transformar carbono em matéria orgânica MO (g dm ⁻³) = 1,72 x Carbono
Baixo	9-14	15-25	
Médio	14-20	26-35	
Alto	20-35	36-60	Para porcentagem dividir por 10
Muito alto	≥36	≥61	

Fonte: Costa e Oliveira (2001).

5.2 MATÉRIA ORGÂNICA – MÉTODO JACKSON (2005)

O método apresentado para determinação da matéria orgânica utiliza fatores de multiplicação fazendo com que os valores determinados sejam aproximados.

5.2.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de dicromato de potássio $0,167 \text{ mol L}^{-1}$: secado em estufa por 2 h a 105°C , e resfriado em dessecador com sílica gel, e armazenar em frasco bem fechado: dissolver 49,04 g de dicromato de potássio em água destilada, e completar o volume a 1 L com água destilada.

Ácido sulfúrico concentrado H_2SO_4 (98% d = 1,84).

Ácido ortofosfórico concentrado (H_3PO_4).

Solução de sulfato ferroso amoniacal $(\text{NH}_4)_2 \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $0,5 \text{ mol L}^{-1}$: dissolver 196 g de sulfato ferroso amoniacal em água destilada, e transferir o volume para balão volumétrico de 1 L, a seguir adicionar 5 mL de ácido sulfúrico concentrado, e completar o volume com água destilada.

Solução indicadora de difenilamina $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$: dissolver 1 g de difenilamina em 100 mL de ácido sulfúrico concentrado (JACKSON, 2005).

5.2.2 Metodologia para Procedimento Analítico

Pesar 1 g de TFSA em um béquer de 500 mL, em seguida adicionar 10 mL de dicromato de potássio $0,167 \text{ mol L}^{-1}$ usando uma pipeta, adicionar 20 mL de ácido sulfúrico concentrado usando um dispensador, em agitador para misturar bem as substâncias; Deixar repousar por 30 min. Adicionar cerca de 200 mL de água destilada e em seguida adicionar 10 mL de ácido ortofosfórico usando dispensador, e esperar a mistura esfriar. Adicionar 10 – 15 gotas de difenilamina, e colocar o béquer em agitador magnético. Titular com sulfato ferroso amoniacal, até a coloração trocar de azul violeta para verde. Preparar duas amostras em branco contendo somente os reagentes, sem solo, a proceder exatamente como a suspensão de solo (YEOMANS; BREMMER, 1988; YEOMANS; BREMMER, 1991).

5.2.3 Cálculos

$$M = \frac{10}{V_{\text{branco}}}$$

$$\% \text{ carbono orgânico oxidado} = \frac{(V_{\text{branco}} - V_{\text{amostra}}) \times 0,3 \times M}{g}$$

$$\% \text{ carbono orgânico total} = 1,334 \times \% \text{ carbono orgânico oxidado}$$

$\% \text{ matéria orgânica} = 1,724 \times \% \text{ carbono orgânico total}$ (JACKSON, 2005).

Onde:

M = molaridade do sulfato ferroso amoniacal ($0,5 \text{ mol L}^{-1}$);

V_{branco} = volume do sulfato ferroso amoniacal requerido na titulação do branco (mL);

V_{amostra} = volume de sulfato ferroso amoniacal requerido na titulação da amostra (mL);

g = massa amostra, massa de solo seca ao ar (g);

$0,3 = 3 \times 10^{-3} \times 100$, onde 3 é o equivalente grama do C.



Notas:

- se o solo é rico em matéria orgânica (1% de carbono orgânico oxidável ou mais), adiciona-se mais 10 mL de dicromato de potássio;
- os fatores 1,334 e 1,724 utilizados para calcular carbono orgânico total e matéria orgânica são aproximados, e podem variar de acordo com a profundidade do solo e entre solos;
- solos contendo grandes quantidades de manganês, cloreto e íons ferro, darão resultados mais elevados. A interferência do íon cloreto pode ser eliminada pela adição de sulfato de prata para oxidar

- o reagente. Nenhum procedimento conhecido está disponível para compensar as interferências do íon cloreto;
- d) a presença de até 50% de carbonato de cálcio não causa interferências (JACKSON, 2005).



5.3 DETERMINAÇÃO DO CARBONO DA BIOMASSA MICROBIANA DO SOLO (BMS-C)

A biomassa microbiana do solo é definida como o componente microbiano vivo do solo, composto de bactérias (incluindo actinomicetos), fungos, microfauna e algas. Representa, em média, 2 a 5% do C (JENKINSON; LADD, 1981) e de 1 a 5% do N total (SMITH; PAUL, 1990) do solo. O papel relevante da biomassa microbiana do solo como componente crítico de vários ecossistemas naturais ou manipulados pelo homem tem sido confirmado, pois, entre outras funções, é o de agente regulador da taxa de decomposição da matéria orgânica e da ciclagem dos elementos, atuando como fonte e dreno dos nutrientes necessários ao crescimento das plantas (LADD; AMATO; OADES, 1985).

A biomassa microbiana do solo pode ser determinada por diversos métodos, como a respiração induzida por substrato, a determinação do conteúdo de ATP, microcalorimetria, contagem de células por microscopia direta (ANDERSON; DOMSCH, 1978; GRISI; GRAY, 1985; WARDLE, 1994). Contudo os métodos mais utilizados são os de fumigação-incubação (FI) (JENKINSON; POWLSON, 1976) e fumigação-extração (FE) (VANCE; BROOKES; JENKINSON, 1987). Ambos os métodos são baseados na esterilização parcial (fumigação) de amostras de solos com clorofórmio, que apresenta as vantagens de amplo espectro, matando quase todas as populações microbianas em ação rápida, rompendo a membrana celular e liberando os constituintes internos, além de causar pouca alteração na composição da matéria orgânica do solo e de ser facilmente removido do solo (JENKINSON; POWLSON, 1976; WARDLE; PARKINSON, 1990). No método FI, a biomassa microbiana é estimada com base no fluxo de CO_2 liberado após a incubação de amostras de solo fumigadas e não fumigadas por 10 dias (JENKINSON; POWLSON, 1976). No método FE, a estimativa é feita a partir da extração

e quantificação do C das amostras fumigadas e não-fumigadas após 24 h (VANCE; BROOKES; JENKINSON, 1987).

5.3.1 Princípio do Método

A fumigação-extração segundo Vance, Brookes e Jenkinson (1987), sendo a relação solo extrator 1:2,5 segundo Tate, Ross e Feltham (1988) e $k_c = 0,33$ preconizado por Sparling e West (1988), realizando fumigação com adição de clorofórmio (isento de etanol) diretamente na amostra, como descrito por Brookes, Powlson e Jenkinson (1982) e Witt et al. (2000), mantendo-as em local escuro por 24 h, procedendo-se a extração e quantificação do carbono microbiano pelo método Walkley e Black (1934), modificado segundo Tedesco et al. (1995), sem aquecimento externo em chapa.

A fumigação pode ser feita sob vácuo com uso de dessecador conforme metodologia original de Vance, Brookes e Jenkinson (1987).

5.3.2 Materiais e Equipamentos

Os materiais e equipamentos para determinação do carbono da biomassa microbiana do solo são:

a) para fumigação:

- frascos de vidro de 100 mL com tampa;
- pipeta com graduação de 1 mL;
- clorofórmio p.a (CHCl_3) isento de etanol;

b) para extração:

- balança analítica com precisão de 0,1 mg;
- frascos de vidro de 100 mL com tampa;
- peagâmetro;
- balão volumétrico de 100 e 1000 mL;
- béquer de 100 e 1000 mL;
- dispensador automático com capacidade de 0 a 50 mL;
- agitador orbital;
- funil;

- papel de filtro (filtração rápida) de 28 µm;
 - tubos de 50 mL com tampa;
- c) para determinação do carbono microbiano:
- pipeta automática;
 - erlenmeyer de 250 mL;
 - agitador magnético;
 - bureta ou titulador automático com precisão de 0,01 mL.

5.3.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Extração

Solução de hidróxido de potássio (KOH) 0,5 mol L⁻¹: pesar 28,0528 g de hidróxido de potássio. Transferir para um béquer de 1000 mL, adicionar cuidadosamente 700 mL de água deionizada. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada após resfriamento.

Solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹: transferir 27,18 mL de ácido sulfúrico PA com auxílio de dispensador automático de 0 a 50 mL para um béquer de 1000 mL contendo 100 mL de água deionizada, em capela de exaustão. Adicionar mais 700 mL de água deionizada, homogeneizar a solução no béquer e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o valor com água deionizada.

Solução de sulfato de potássio (K₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹: pesar 87,1001 g do sal, transferir para béquer de 1000 mL e adicionar 800 mL de água deionizada. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL. Antes da aferição final do volume da solução solubilizada, deve-se corrigir o pH para a faixa entre 6,5-6,8, transferindo uma alíquota da solução solubilizada para um béquer e realizando a leitura em peagâmetro. Se necessária a correção do pH, adicionar no balão gotas de KOH 0,5 mol L⁻¹ se o meio estiver ácido e gotas de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹ se o meio estiver básico, sempre retornando a alíquota à origem e realizando a leitura após cada adição. Após correção do pH, aferir o volume a 1000 mL com água deionizada (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Carbono Microbiano

Solução de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) $0,066 \text{ mol L}^{-1}$: pesar 19,4161g do sal, previamente secado em estufa a 105°C e transferir para um béquer de 1000 mL, adicionando 700 mL de água deionizada. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico, aferindo o volume a 1000 mL com água deionizada.

Difenilamina (C_6H_5)₂NH 1% em H_2SO_4 : pesar 1,000 g de difenilamina, transferir para um béquer de 100 mL, adicionar 50 mL de H_2SO_4 concentrado, dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL, aferindo o volume a 100 mL com o mesmo ácido.

Solução de Sulfato Ferroso Amoniacal [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] $0,033 \text{ mol L}^{-1}$: pesar 13,000 g do sal, transferir para um béquer de 1000 mL e dissolver em 600 mL de água deionizada, adicionar 10 mL de ácido sulfúrico e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume a 1000 mL com água deionizada.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) p.a.

Ácido ortofosfórico (H_3PO_4) p.a (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.5 Amostra

As amostras devem ser coletadas em pontos e profundidades previamente determinados. A umidade do solo nas amostras para o processamento poderá ser em torno de 60% da capacidade de campo ou objetivo da pesquisa. As amostras devem ser imediatamente armazenadas, sendo mantidas o mais próximo em que foram coletadas até sua chegada ao laboratório, onde serão preparadas, em até três dias, ou armazenamento em geladeira a 4°C por até dez dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.5.1 Preparação das amostras

As amostras recém-coletadas devem ser peneiradas em malha de 2 mm, retirando-se os fragmentos de animais e vegetais, por meio de catação, para em seguida ser processadas.

5.3.5.2 Determinação da umidade na capacidade de campo do solo

O método baseia-se na determinação da umidade do solo na capacidade máxima de retenção de água (capacidade de campo) e na determinação da umidade do solo no momento da coleta das amostras, para que se determine se a umidade do solo na coleta é correspondente à desejada.

5.3.5.3 Procedimento

Preencher uma proveta de 100 mL com cerca de 80 mL de solo recém-coletado e já peneirado. Adicionar água até que a frente de molhamento atinja cerca de 40 a 50% do volume de solo, recobrir a proveta com papel alumínio, deixando o solo em repouso por 12 h, ou até que a frente de molhamento estacione. A frente de molhamento não deve tocar o fundo da proveta, o que invalidaria o procedimento; neste caso deve-se repetir o teste com nova amostra com menor quantidade de água. Retirar uma porção de solo da parte molhada, pesar e levar para estufa a 105°C por 24 h ou até peso constante, obtendo o peso do solo seco posteriormente. A determinação da umidade total do solo na capacidade de campo e das amostras oriundas do campo (para umidade total do solo) é obtida pela equação:

$$U = (\text{g de água g}^{-1} \text{ de solo}) = \frac{(P_u - P_s)}{P_s}$$

Onde:

P_u = peso do solo úmido;

P_s = peso do solo seco, usado tanto para a amostra de solo trazida do campo quanto a retirada da proveta.

Para determinar a umidade percentual relativa (U_R) das amostras frescas de solo frente à umidade do solo na capacidade de campo é utilizada a equação:

$$U_R(\%) = \left(\frac{U_A}{U_C} \right) \times 100$$

Onde:

U_R = umidade relativa do solo fresco frente à capacidade de campo;

U_A = umidade do solo amostrado (g de água g⁻¹ de solo);

U_C = umidade do solo na capacidade de campo (g de água g⁻¹ de solo) (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.5.4 Procedimento analítico

Analisar as amostras em triplicata; para isso, cada amostra será dividida em sete subamostras de 20 g (três fumigadas, três não fumigadas e uma para obtenção da umidade do solo), devidamente pesadas e acondicionadas em frascos de vidro de 100 mL.

Observação: Podem ser utilizados os mesmos extratos obtidos na fumigação-extração realizada para determinação da BMS-N (nitrogênio da biomassa microbiana do solo), conforme descrito por Silva, Azevedo e De-Polli (2007a).

5.3.6 Determinação da Umidade do Solo

O frasco previamente destinado à determinação de umidade do solo deve ser secado em estufa a 105°C por 24 h ou até obter peso constante. Após a secagem, a amostra deve ser acondicionada em dessecador até equilíbrio de temperatura e em seguida pesada (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.7 Fumigação

Imediatamente após a pesagem da amostra, adicionar aproximadamente 1 mL de clorofórmio isento de etanol com o auxílio de uma pipeta graduada de 1,0 mL, em todos os frascos destinados a

fumigação. A seguir, fechar os frascos e armazená-los em local isento de luminosidade por 24 h, com temperatura em torno de 25 a 28°C. No dia seguinte retirar a tampa dos frascos em capela de exaustão, deixando evaporar todo o clorofórmio presente até eliminação completa, como preconizado por Brookes, Powlson e Jenkinson (1982) e Witt et al. (2000).

5.3.8 Procedimento para Extração

A extração se dá nas amostras fumigadas, após tempo de fumigação de 24 h, seguida de eliminação dos resíduos de clorofórmio, e nas não-fumigadas, realizado imediatamente após pesagem, da seguinte forma: Adicionar 50 mL de solução 0,5 mol L⁻¹ de sulfato de potássio (K₂SO₄), com auxílio de um dispensador de 0 a 50 mL. Agitar por 30 min em agitador orbital a 220 rpm, esperar decantar por 30 min e transferir o sobrenadante com o auxílio de uma pipeta para um papel de filtro acoplado a funil e tubo de 50 mL, evitando ressuspensão e recuperação de material decantado (Figura 28). Ao final da filtração, é obtido o extrato de cada subamostra (fumigada ou não-fumigada), que deve ser direcionada para quantificação do carbono microbiano ou armazenada em geladeira a 4°C por no máximo 10 dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

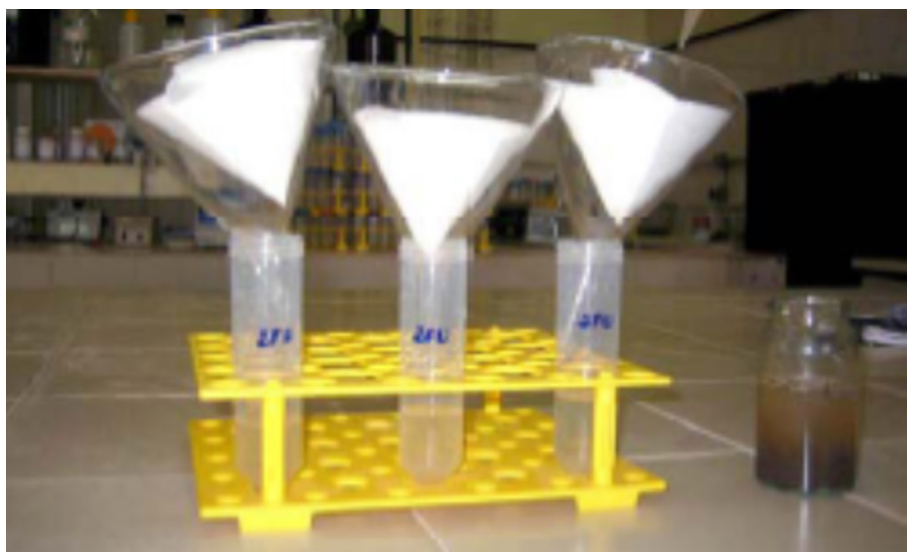


Figura 28 – Filtração do material extraído
Fonte: Silva, Azevedo e De-Polli (2007c).

5.3.9 Determinação do Carbono Microbiano

Transferir 8 mL do extrato previamente filtrado para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 mL de solução $0,066 \text{ mol L}^{-1}$ de dicromato de potássio, 10 mL de ácido sulfúrico p.a e 5 mL de ácido ortofosfórico p.a, todos com o auxílio de dispensador, e em ordem da descrição. Esperar esfriar e adicionar cerca de 70 mL de água deionizada, esperar esfriar novamente, adicionar aproximadamente 4 gotas de difenilamina e titular sob agitação magnética com uma solução $0,033 \text{ mol L}^{-1}$ de sulfato ferroso amoniacal. Ao final da titulação, a coloração da solução irá do púrpura (A) para verde (B) (Figura 29).

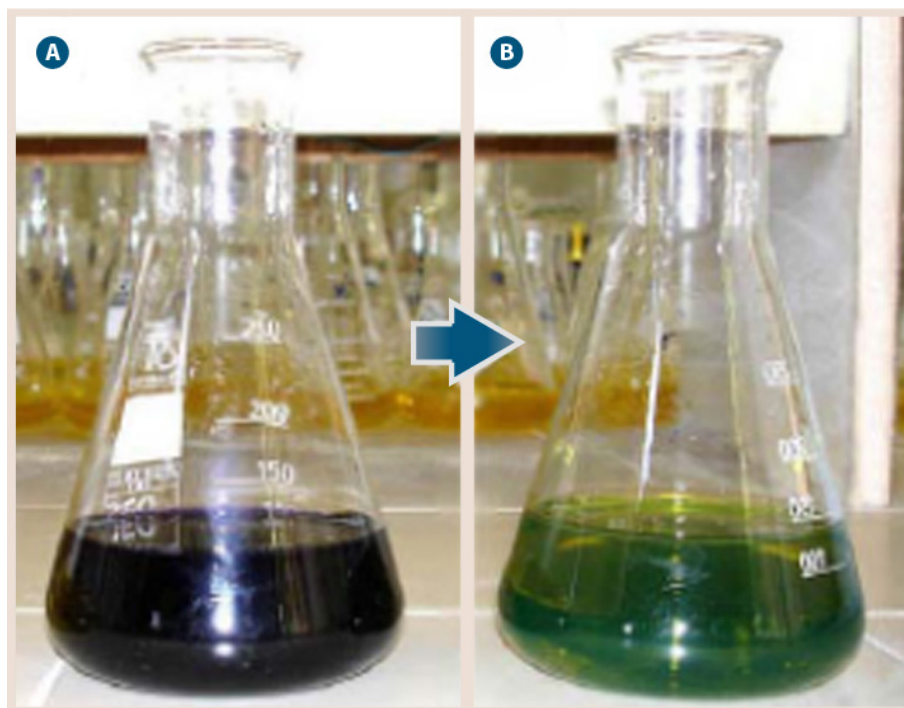


Figura 29 – Ponto estequiométrico da volumetria de oxi-redução
Fonte: Silva, Azevedo e De-Polli (2007c).

5.3.10 Cálculo da Molaridade Exata da Solução de Sulfato Ferroso Amoniacal $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ $0,033 \text{ mol L}^{-1}$

Para a padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal, utilizar a equação apresentada na sequência, posteriormente a quantificação do carbono microbiano pois, necessitam-se dos valores das amostras controle (branco). A determinação da molaridade exata do sulfato ferroso amoniacal pode ser obtida pela equação:

$$M_1 = \frac{[(M_2 \times V_2) \times 6]}{V_1}$$

Onde:

M_1 = molaridade exata padronizada do sulfato ferroso amoniacal;

M_2 = molaridade exata do dicromato de potássio $0,066 \text{ mol L}^{-1}$;

6 = razão estequiométrica ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$);

V_1 = volume de sulfato ferroso amoniacal gasto na titulação da amostra controle (branco);

V_2 = volume da alíquota de dicromato de potássio utilizada (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.11 Cálculo do Teor de Carbono nos Extratos

Para determinação do carbono nos extratos fumigado e não-fumigado do solo, tem-se a equação:

$$C(\text{mg C kg}^{-1} \text{ solo}) = \frac{(V_b - V_a) \times M \times 0,003 \times V_1 \times 10^6}{P_s \times V_2}$$

Onde:

C = carbono extraído do solo;

V_b = volume de sulfato ferroso amoniacal gasto na titulação da solução controle (branco) em mL;

V_a = volume de sulfato ferroso amoniacal gasto na titulação da amostra em mL;

M = molaridade exata do sulfato ferroso amoniacal;
 V_1 = alíquota do extrator K_2SO_4 utilizado;
 V_2 = alíquota pipetada do extrato para a titulação;
0,003 = miliequivalente do carbono;
Ps = massa de solo seco (g) (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c).

5.3.12 Cálculo da BMS-C

Utilizando $k_c = 0,33$ descrito por Sparling e West (1988), o cálculo da biomassa microbiana do solo (BMS-C) é dado pela equação:

$$\text{BMS-C (mg C microbiano kg}^{-1} \text{ solo)} = \text{FC} \times k_c$$

Onde:

BMS-C = carbono da biomassa microbiana do solo em mg de C por kg de solo (ou $\mu\text{g g}^{-1}$);

FC = fluxo obtido da diferença entre a quantidade de C (mg kg^{-1}), da equação anterior, recuperada no extrato da amostra fumigada e a recuperada na amostra não fumigada;

k_c = fator de correção.

5.3.13 Limitações do Processo

Principais limitações quanto a replicabilidade, pois sua utilização se dá em amostras frescas de solo, com isso, posteriores coletas podem divergir quanto aos resultados, levando a alta variabilidade, até mesmo em repetições de laboratório, sendo necessário o uso de triplicatas. Outro fator está na umidade do solo, pois solos com alto teor de umidade são de difícil manuseio no processo de peneiração, além de influir negativamente na fumigação do solo, interferindo na difusão do clorofórmio. Em contrapartida, solos muito secos são desfavoráveis, pois os micro-organismos se encontram em forma latente e, portanto, sua membrana celular menos susceptível ao rompimento no processo de fumigação, subestimando o valor real da biomassa microbiana. Para evitar tais inconvenientes, aconselha-se que a amostragem de campo seja a mais próxima possível de 60% da capacidade de campo do

solo, por possuir uma alta variabilidade e a análise realizada em triplicata, seu uso em larga escala é pouco prático, dependendo da capacidade analítica do laboratório e da experiência dos envolvidos na análise (GRISI, 1984; SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007c; ANDREA; HOLLWEG, 2004).

5.4 DETERMINAÇÃO DA RESPIRAÇÃO BASAL (RBS) E QUOCIENTE METABÓLICO DO SOLO (qCO_2)

A respiração basal do solo (RBS) é definida como a soma total de todas as funções metabólicas nas quais o CO_2 é produzido. As bactérias e os fungos são os principais responsáveis pela maior liberação de CO_2 via degradação da matéria orgânica (MO). A RBS possui uma estreita relação com as condições abióticas do solo, entre elas a umidade, temperatura e aeração. Cattelan e Vidor (1990) detectaram influência destas características, além da disponibilidade de substrato no solo, sobre a RBS e o Carbono da Biomassa Microbiana do Solo (BMS-C). A disponibilidade de C no solo tem sido descrita como a fonte que contribui para o aumento da RBS. Em associação com a RBS, podemos obter o quociente metabólico do solo (qCO_2), pela razão entre a RBS por unidade de BMS-C e tempo, usado para estimar a eficiência do uso de substrato pelos micro-organismos do solo (ANDERSON; DOMSCH, 1993), e também como sensível indicador de estresse quando a BMS-C é afetada, sendo ambas ferramentas importantes no entendimento das transformações e perdas nos compartimentos orgânicos do solo. O procedimento foi originalmente proposto por Jenkinson e Powlson (1976), para determinação da respiração basal do solo associado ao BMS-C para obtenção do qCO_2 .

5.4.1 Materiais e Equipamentos

Os materiais e equipamentos para determinação da respiração basal do solo e quociente metabólico são:

- a) frascos de vidro de 100 mL com tampa;
- b) frascos de vidro de 2 ou 3 L com tampa de fechamento hermético;
- c) balança analítica com precisão de 0,1 mg;

- d) balão volumétrico de 100 e 1000 mL;
- e) béquer de 100 e 1000 mL;
- f) bureta ou titulador automático com precisão de 0,01 mL;
- g) agitador magnético;
- h) erlenmeyer de 125 mL;
- i) pipeta automática de 10 mL com precisão de 0,01;
- j) capela de exaustão para vapores ácidos.

5.4.2 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 1 mol L⁻¹: pesar rapidamente 39,9971 g de hidróxido de sódio, pois o mesmo é altamente higroscópico. Transferir para um béquer de 1000 mL, adicionar 700 mL de água deionizada cuidadosamente. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada após o resfriamento.

Solução de cloreto de bário (BaCl₂) 10% (m/v): pesar 10,000 g de cloreto de bário, transferir para um béquer de 100 mL e adicionar 60 mL de água deionizada. Dissolver o sal por completo e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL aferindo o volume com água deionizada.

Fenolftaleína (C₂₀H₁₄O₄) 1% (m/v) em etanol: pesar 1,000 g de fenolftaleína e transferir para um béquer de 100 mL. Adicionar 50 mL de etanol (C₂H₅OH) p.a; dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL e aferir o volume a 100 mL com o mesmo álcool.

Solução de tris hidróxi amino metano (C₄H₁₁NO₃) 0,03 mol L⁻¹: pesar 3,6340 g de THAM, previamente secado em estufa a 105°C e transferir para um béquer de 1000 mL, dissolver o sal e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o volume com água deionizada.

Solução de ácido bórico (H₃BO₃) 1% (m/v): pesar 10,000 g de ácido bórico e dissolver em 900 mL de água deionizada acondicionando em um balão volumétrico de 1000 mL (Solução A). Dissolver 0,100 g de vermelho de metila em um balão volumétrico de 100 mL aferindo o volume com metanol p.a (Solução B). Dissolver 0,100 g de verde de bromocresol em um balão

volumétrico de 100 mL aferindo o volume com metanol p.a (Solução C). Adicionar 7 mL da **Solução B** e 10 mL da **Solução C** ao balão volumétrico contendo a **Solução A**. Ajustar o pH da solução entre 5,0 – 6,0, transferindo uma alíquota da solução solubilizada e realizando leitura no peagâmetro. Adicionar ao balão gotas de NaOH 0,5 mol L⁻¹, sempre retornando a alíquota à origem e realizando a leitura após cada adição. Após ajuste do pH na faixa requisitada, aferir o volume final com água deionizada.

Solução de ácido clorídrico (HCl) 0,5 mol L⁻¹: pipetar 41,40 mL de ácido clorídrico p.a 37%, em capela de exaustão, em um béquer de 1000 mL contendo 500 mL de água deionizada. Homogeneizar a solução no béquer e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o valor com água deionizada.

HCl p.a 37% (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.4.3 Amostras

As amostras devem ser coletadas em pontos e profundidades previamente determinados, conforme necessidade da pesquisa. A umidade do solo nas amostras para o processamento poderá ser em torno de 60% da capacidade de campo ou conforme o objeto da pesquisa. As amostras devem ser imediatamente armazenadas, sendo mantidas o mais próximo das condições em que foram coletadas até sua chegada ao laboratório, onde serão preparadas, procedendo às análises em até três dias ou armazenadas em geladeira a 4°C por até dez dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.4.3.1 Preparação da amostra

As amostras recém coletadas devem ser peneiradas em malha de 2 mm, retirando-se os fragmentos de animais e vegetais por meio de catação, acondicionadas em novos recipientes para em seguida ser processadas.

5.4.4 Determinação da Umidade na Capacidade de Campo do Solo

O método baseia-se na determinação da umidade do solo na capacidade máxima de retenção de água (capacidade de campo) e na

determinação da umidade do solo no momento da coleta das amostras, para que se determine se a umidade do solo na coleta é correspondente à desejada.

5.4.4.1 Procedimento

Preencher uma proveta de 100 mL com cerca de 80 mL de solo recém coletado e já peneirado. Adicionar água até que a frente de molhamento atinja cerca de 40 a 50% do volume de solo, recobrir a proveta com papel alumínio, deixando o solo em repouso por 12 h, ou até que a frente de molhamento estacione. A frente de molhamento não deve tocar o fundo da proveta, o que invalidaria o procedimento, neste caso deve-se repetir o teste com nova amostra com menor quantidade de água. Retirar uma porção de solo da parte molhada, pesar e levar para estufa a 105°C por 24 h ou até peso constante, obtendo o peso do solo seco posteriormente. A determinação da umidade total do solo na capacidade de campo e das amostras oriundas do campo (para umidade total do solo) é obtida pela equação:

$$U = \text{g de água g}^{-1} \text{ de solo} = \frac{(P_u - P_s)}{P_s}$$

Onde:

P_u = peso do solo úmido;

P_s = peso do solo seco, usado tanto para a amostra de solo trazida do campo quanto a retirada da proveta.

Para determinar a umidade percentual relativa (U_R) das amostras frescas de solo frente à umidade do solo na capacidade de campo, é utilizada a equação:

$$U_R(\%) = \left(\frac{U_A}{U_C} \right)$$

Onde:

U_R = umidade relativa do solo fresco frente à capacidade de campo;

U_A = umidade do solo amostrado (g de água g⁻¹ de solo);

U_C = umidade do solo na capacidade de campo (g de água g⁻¹ de solo) (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.4.4.2 Procedimento analítico

As amostras serão analisadas em duplicata. Para isso, a amostra inicial será dividida em três subamostras de 50 g acondicionadas em frascos de vidro de 100 mL, sendo uma delas para determinação da umidade do solo e as demais para a respiração basal do solo (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.4.4.3 Incubação

Partindo das amostras de solo previamente pesadas, necessita-se, para cada subamostra, 10 mL de NaOH 1 mol L⁻¹, que devem ser acondicionados com o auxílio de pipeta automática de 10 mL, em novos frascos de vidro de 100 mL. Transfere-se imediatamente cada subamostra juntamente com seu respectivo frasco contendo NaOH para um frasco de vidro de 2 L, hermeticamente fechado, para que não haja entrada de CO₂ do ar externo ou fuga do CO₂ internamente produzido (Figura 30). Serão dois frascos de vidro de 100 mL para cada frasco de vidro de 2 L, sendo que devem constar também alguns frascos de 2 L com apenas o frasco com NaOH, que servirá de solução controle (branco). Após realizar todo o preparo para a incubação das subamostras, deve-se anotar a hora e a data de quando se iniciou a incubação, para que seja calculada através desses dados a respiração basal do solo, lembrando que as subamostras devem ser mantidas em local isento de luminosidade e com temperatura em torno de 25 a 28°C durante um período que pode variar de 5 a 10 dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).



Figura 30 – Frascos utilizados para a incubação, juntamente com a amostra de solo e seu respectivo frasco contendo NaOH

Fonte: Silva, Azevedo e De-Polli (2007b).

5.4.4.4 Quantificação do CO_2 respirado

Após o processo de incubação, retirar do frasco de 2 L o frasco contendo NaOH e adicionar 2 mL de BaCl_2 10% (m/v) para a completa precipitação do CO_2 , seguido de imediato fechamento do frasco com solução precipitada. Destampar apenas a subamostra precipitada que irá ser titulada, adicionar 2 gotas de fenolftaleína 1% (m/v) e titular sob agitação magnética com solução $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ de HCl que posteriormente deve ser padronizada. Ao final da titulação, a coloração da solução irá de rosa (A) a incolor (B) (Figura 31).

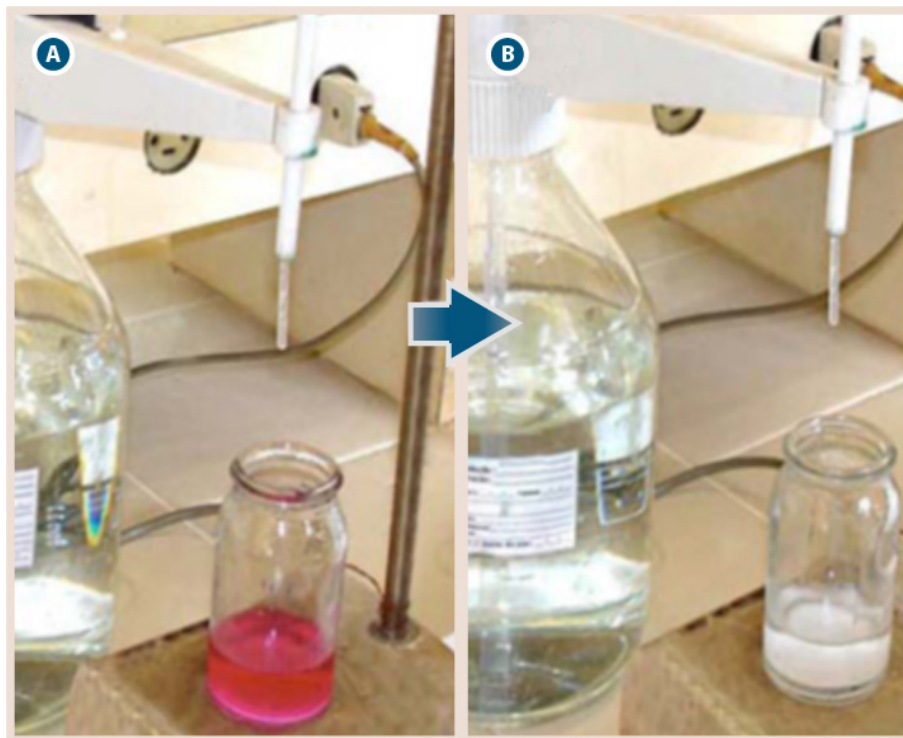


Figura 31 – Ponto estequiométrico da volumetria de neutralização ácido-base
 Fonte: Silva, Azevedo e De-Polli (2007b).

5.4.4.5 Determinação da molaridade exata do HCl

Adicionar 50 mL da solução THAM e 10 mL da solução de ácido bórico em um erlenmeyer, e titular sob agitação magnética com HCl a ser determinado. Ao final da titulação a coloração da solução irá de verde para rosa. O cálculo da molaridade exata do HCl é dado pela equação:

$$M_{\text{HCl}} = \frac{M_{\text{THAM}} \times V_{\text{THAM}}}{V_{\text{HCl}}}$$

Onde:

M_{HCl} = molaridade do HCl a ser determinada;

V_{HCl} = volume de ácido clorídrico gasto na titulação;

M_{THAM} = molaridade da solução THAM;

V_{THAM} = volume de THAM utilizado na titulação.

5.4.4.6 Cálculo da respiração basal do solo

$$RBS \text{ (mg de C - CO}_2 \text{ kg}^{-1} \text{ solo hora}^{-1}) = \left(\frac{V_B - V_A \times M \times 6 \times 1.000}{P_s} \right) \frac{1}{T}$$

Onde:

RBS = carbono oriundo da respiração basal do solo;

V_B (mL) = volume de ácido clorídrico gasto na titulação da solução controle (branco);

V_A (mL) = volume gasto na titulação da amostra;

M = molaridade exata do HCl;

P_s (g) = massa de solo seco;

T = tempo de incubação da amostra em horas (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.4.5 Quociente Metabólico do Solo (qCO_2)

O qCO_2 é a razão entre a respiração basal do solo por unidade de carbono da biomassa microbiana do solo conforme descrito por Silva, Azevedo e De-Polli (2007b), e tem sido usado para estimar a eficiência do uso de substrato pelos micro-organismos do solo (ANDERSON; DOMSCH, 1993), podendo ser utilizado como sensível indicador de estresse quando a BMS-C é afetada.

O cálculo qCO_2 da respiração basal do solo é dado pela equação:

$$qCO_2 \text{ (mgC - CO}_2 \text{ g}^{-1} \text{ BMS - C h}^{-1}) = \frac{RBS \text{ (mgC - CO}_2 \text{ kg}^{-1} \text{ solo h}^{-1})}{BMS - C \text{ (mgC kg}^{-1} \text{ solo)} \times 10^{-3}}$$

Onde:

$q\text{CO}_2$ = quociente metabólico do solo;

RBS = respiração basal do solo;

BMS-C = carbono da biomassa microbiana do solo.

5.4.5.1 Limitações do método

A limitação do método está na possibilidade da saturação total do hidróxido de sódio (NaOH) com a função de absorver o CO_2 evoluído, subestimando a taxa de respiração do solo. Outro fator importante está na umidade do solo, pois solos com alto teor de umidade são de difícil manuseio no processo de tamisagem, sendo também desfavoráveis na difusão do CO_2 na RBS. Para evitar tais inconvenientes aconselha-se que a amostragem de campo seja a mais próxima possível de 60% da capacidade de campo do solo (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007b).

5.5 DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO DA BIOMASSA MICROBIANA DO SOLO (BMS-N)

A mineralização do N orgânico do solo pode ser utilizada como um indicador potencial de disponibilidade do N às culturas (VETTERLEIN; HÜTTL, 1999). O seu entendimento se torna relevante quando se planeja traçar estratégias de manejo para conservação e melhoria das qualidades produtivas do solo. Na metodologia convencional, o N da biomassa é avaliado à maneira do C da biomassa, mas usando o fator k_{en} , que tem dois valores amplamente utilizados, 0,45 e 0,54, sendo 0,54 o do método original. O conteúdo de N microbiano é quantificado em extrato de K_2SO_4 0,5 mol L^{-1} (relação solo: extrator de 1:4, extração por 30 min e análise após digestão de Kjeldahl) a partir do fluxo de N solúvel total de amostras fumigadas e não-fumigadas.

5.5.1 Princípio do Método

O método básico descrito neste comunicado é o da fumigação-extração (BROOKES et al., 1985), com a relação solo extrator 1:2,5 segundo Tate, Ross e Feltham (1988) e $k_n = 0,54$ (BROOKES et al., 1985) realizando

fumigação direta com adição de clorofórmio (isento de etanol) diretamente nas amostras (BROOKES; POWLSON; JENKINSON, 1982; WITT et al., 2000), mantendo-as em local isento de luminosidade por 24 h, procedendo-se, após extração, à quantificação do nitrogênio microbiano por destilação de arraste de vapor (Kjeldahl), seguida de volumetria de neutralização ácido-base empregando ácido sulfúrico como titulante (ALVES et al., 1994). Vale ressaltar que a fumigação também pode ser feita sob vácuo com uso de dessecador conforme metodologia original de Vance, Brookes e Jenkinson (1987) e Brookes et al. (1985).

5.5.2 Materiais e Equipamentos

Os materiais e equipamentos para determinação do nitrogênio da biomassa microbiana do solo são:

a) para fumigação:

- frascos de vidro de 100 mL com tampa;
- pipeta com graduação de 1 mL;
- clorofórmio p.a, isento de etanol;

b) para extração:

- balança analítica com precisão de 0,1 mg;
- frascos de vidro de 100 mL com tampa;
- peagâmetro;
- balão volumétrico de 100 e 1000 mL;
- béquero de 100 e 1000 mL;
- dispensador automático com capacidade de 0 a 50 mL;
- agitador orbital;
- funil;
- papel de filtro (filtragem rápida) de 28 µm;
- tubos de 50 mL com tampa;

c) para determinação do nitrogênio microbiano:

- capela de exaustão para vapores ácidos;
- moinho para reagente;

- pipeta automática de 10 mL;
- dispensador automático com capacidade de 0 a 5 mL;
- tubo para digestão;
- bloco digestor com controle de temperatura de 0 a 400°C;
- erlenmeyer de 250 mL;
- destilador para análise de nitrogênio (Kjeldahl);
- bureta ou titulador automático com precisão de 0,01 mL (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Extração

Solução de hidróxido de potássio (KOH) 0,5 mol L⁻¹: pesar 28,0528 g de hidróxido de potássio. Transferir para um béquer de 1000 mL e adicionar 700 mL de água deionizada cuidadosamente. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada após resfriamento.

Solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹: transferir 27,18 mL de ácido sulfúrico PA com auxílio de dispensador automático de 0 a 50 mL para um béquer de 1000 mL contendo 100 mL de água deionizada, em capela de exaustão (tomar cuidado com o aquecimento provocado pela reação). Adicionar mais 700 mL de água deionizada, homogeneizar a solução no béquer e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o valor com água deionizada.

Solução de sulfato de potássio (K₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹: pesar 87,1001 g do sal, transferir para béquer de 1000 mL e adicionar 800 mL de água deionizada. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL. Antes da aferição final do volume da solução, deve-se corrigir o pH para a faixa entre 6,5-6,8, transferindo uma alíquota da solução solubilizada para um béquer e realizando a leitura no peagâmetro. Se necessária à correção do pH, adicionar no balão gotas de solução de hidróxido de potássio (KOH) 0,5 mol L⁻¹ se o meio estiver ácido e gotas de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,5 mol L⁻¹ se o meio estiver básico, sempre retornando a alíquota à origem e realizando a leitura após cada adição. Após correção do pH, aferir o volume a 1000 mL com água deionizada (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes para Nitrogênio Microbiano

Mistura catalisadora: pesar separadamente 500,000 g de sulfato de potássio, 1,500 g de selênio e 25,000 g de sulfato cúprico. Juntar todos os reagentes e transferir para o moinho de reagentes para homogeneização dos mesmos.

Solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) $0,0015 \text{ mol L}^{-1}$: pipetar 3 mL de ácido sulfúrico $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ previamente preparado com o auxílio de uma pipeta automática e transferir para béquer de 1000 mL contendo 100 mL de água deionizada. Adicionar 700 mL de água deionizada, solubilizar a solução e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o volume com água deionizada.

Solução de tris hidroxilamino metano (THAM) ($C_4H_{11}NO_3$) $0,003 \text{ mol L}^{-1}$: pesar 0,36340 g de THAM, previamente secado em estufa a 105°C e transferir para um béquer de 1000 mL, dissolver o sal e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada.

Solução de hidróxido de sódio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$: pesar rapidamente 19,9985 g de hidróxido de sódio, pois este reagente é higroscópico. Transferir para um béquer de 1000 mL, adicionar 700 mL de água deionizada, cuidadosamente. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada.

Solução de ácido bórico (H_3BO_3) 1% (m/v): pesar 10,000 g de ácido bórico e dissolver em 900 mL de água deionizada acondicionando em um balão volumétrico de 1000 mL (Solução A). A seguir dissolver 0,100 g de vermelho de metila em um balão volumétrico de 100 mL aferindo o volume com metanol p.a (Solução B). Dissolver 0,100 g de verde de bromocresol em um balão volumétrico de 100 mL aferindo o volume com metanol PA (Solução C). Apanhar 7 mL da **Solução B** e 10 mL da **Solução C** e adicionar ao balão volumétrico contendo a **Solução A**. Ajustar o pH da solução entre 5,0 – 6,0 transferindo uma alíquota da solução solubilizada e realizando leitura no peagâmetro. Adicionar ao balão gotas de NaOH $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, sempre retornando a alíquota à origem e realizando a leitura após cada adição.

Após ajuste do pH na faixa requisitada, aferir o volume final com água deionizada.

Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 40% (m/v): pesar 400,000 g de hidróxido de sódio. Transferir para um béquer de 1000 mL, adicionar 700 mL de água deionizada, cuidadosamente. Dissolver e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL aferindo o volume com água deionizada.

Ácido sulfúrico (H₂SO₄) p.a (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.5 Amostras

As amostras devem ser coletadas em pontos e profundidades previamente determinados, conforme necessidade da pesquisa. A umidade do solo nas amostras para o processamento poderá ser em torno de 60% da capacidade de campo ou conforme o objeto da pesquisa. As amostras devem ser imediatamente armazenadas, sendo mantidas o mais próximo das condições em que foram coletadas até sua chegada ao laboratório, onde serão preparadas, procedendo às análises em até três dias ou armazenadas em geladeira a 4°C por até dez dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.5.1 Preparação da amostra

As amostras recém coletadas devem ser peneiradas em malha de 2 mm, retirando-se os fragmentos de animais e vegetais por meio de catação, para em seguida ser processadas.

5.5.6 Determinação da Umidade na Capacidade de Campo do Solo

O método baseia-se na determinação da umidade do solo na capacidade máxima de retenção de água (capacidade de campo) e na determinação da umidade do solo no momento da coleta das amostras, para que se determine se a umidade do solo na coleta é correspondente à desejada.

5.5.6.1 Procedimento

Preencher uma proveta de 100 mL com cerca de 80 mL de solo recém coletado e já peneirado. Adicionar água até que a frente de molhação (molhamento) atinja cerca de 40 a 50% do volume de solo, recobrir a proveta com papel alumínio, deixando o solo em repouso por 12 h, ou até que a frente de molhação estacione. A frente de molhamento não deve tocar o fundo da proveta, o que invalidaria o procedimento, neste caso deve-se repetir o teste com nova amostra com menor quantidade de água. Retirar uma porção de solo da parte molhada, pesar e levar para estufa a 105°C por 24 h ou até peso constante, obtendo o peso do solo seco posteriormente. A determinação da umidade total do solo na capacidade de campo e das amostras oriundas do campo (para umidade total do solo) é obtida pela equação:

$$U = \text{g de água (g}^{-1} \text{ de solo)} = \frac{(P_u - P_s)}{P_s}$$

Onde:

P_u = peso do solo úmido;

P_s = peso do solo seco, usado tanto para a amostra de solo trazida do campo quanto a retirada da proveta.

Para determinar a umidade percentual relativa (UR) das amostras frescas de solo frente à umidade do solo na capacidade de campo, é utilizada a equação:

$$U_R(\%) = \left(\frac{U_A}{U_C} \right) \times 100$$

Onde:

U_R = umidade relativa do solo fresco frente à capacidade de campo;

U_A = umidade do solo amostrado (g de água g⁻¹ de solo);

U_C = umidade do solo na capacidade de campo (g de água g⁻¹ de solo) (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

realizado imediatamente após pesagem, da seguinte forma: Adicionar 50 mL de solução 0,5 mol L⁻¹ de sulfato de potássio (K₂SO₄), com auxílio de um dispensador de 0 a 50 mL. Agitar por 30 min em agitador orbital a 220 rpm, esperar decantar por 30 min e transferir o sobrenadante com o auxílio de uma pipeta para um papel de filtro acoplado a funil e tubo de 50 mL, evitando ressuspensão e recuperação de material decantado. Ao final da filtragem é obtido o extrato de cada subamostra (fumigada ou não-fumigada), que deve ser direcionada para quantificação do nitrogênio microbiano ou armazenada em geladeira a 4°C por no máximo 10 dias (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.10 Determinação do Nitrogênio Microbiano

Transferir de 10 a 20 mL do extrato para tubo de digestão em suporte com capacidade para 40 tubos, reservando-se dois tubos para amostras controle (branco). Adicionar 2 g da mistura catalisadora e 5 mL de ácido sulfúrico p.a com o auxílio de dispensador automático de 0 a 5 mL. Realizar a digestão por 2 h em bloco digestor com temperatura controlada de 350°C. Após equilíbrio da temperatura dos tubos com o ambiente, proceder à destilação por arraste a vapor para análise de nitrogênio (Kjeldahl) seguido de neutralização por volumetria ácido-base empregando ácido sulfúrico 0,0015 mol L⁻¹. Ao final da titulação, a coloração da solução irá do verde para o rosa.

5.5.10.1 Cálculo da molaridade exata do ácido sulfúrico

$$M_{AC} = \frac{[(M_{THAM} \times V_{THAM}) \times 0,5]}{V_{AC}}$$

Onde:

M_{AC} = molaridade do ácido sulfúrico a ser determinada;

0,5 = razão estequiométrica;

V_{AC} = volume de ácido sulfúrico gasto na titulação;

M_{THAM} = molaridade da solução THAM;

V_{THAM} = volume da alíquota de THAM utilizado na titulação.

5.5.11 Cálculo do Teor de N nos Extratos Fumigados e Não-Fumigados do Solo

$$N(\text{mg N kg}^{-1} \text{ solo}) = \frac{(V_a - V_b) \times (M_{AC} \times 2) \times 0,014 \times V_1 \times 10^6}{(V_2 \times P_s)}$$

Onde:

N = nitrogênio extraído do solo;

V_a = volume gasto na titulação da amostra (mL);

V_b = volume de ácido sulfúrico gasto na titulação da solução controle (branco) (mL);

M_{AC} = molaridade exata do ácido sulfúrico;

2 = número de hidrogênios ionizáveis do ácido sulfúrico (H_2SO_4);

V_1 = volume da solução extratora no processo de extração;

V_2 = volume da alíquota pipetada para quantificação do nitrogênio (utilizar no mínimo 10 mL);

0,014 = miliequivalente do nitrogênio;

P_s = massa de solo secado a 105°C (g) (SILVA; AZEVEDO; DE-POLLI, 2007a).

5.5.12 Cálculo da BMS-N

O cálculo da BMS-N é dado pela equação apresentada na sequência, utilizando $k_N = 0,54$, preconizado por Brookes et al. (1985), constante que representa a proporção do nitrogênio da biomassa microbiana que é mineralizada.

$$BMS-N (\text{mg N kg}^{-1} \text{ solo}) = FN \times k_N$$

Onde:

BMS-N = nitrogênio da biomassa microbiana do solo em mg de N por kg de solo (ou $\mu\text{g g}^{-1}$);

FN = fluxo obtido da diferença entre a quantidade de N (mg kg^{-1}), determinado anteriormente, recuperada no extrato da amostra fumigada e a recuperada na amostra não fumigada;

kN = fator de correção.



6

ENXOFRE, CÁLCIO, MAGNÉSIO, SÓDIO,
COBRE, FERRO, MANGANÊS, ZINCO,
BORO E NITROGÊNIO NO SOLO





6.1 DETERMINAÇÃO DO ENXOFRE ($S-SO_4^{-2}$) DISPONÍVEL NO SOLO

O método baseia-se na extração de sulfato de amostras de terra por uma solução de fosfato de cálcio, $Ca(H_2PO_4)_2$ 500 mg L^{-1} de P em ácido acético (HOAc) 2 mol L^{-1} . A quantificação é feita por turbidimetria, provocada pela presença de $BaSO_4$ formado pela reação do $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ com o $S-SO_4^{-2}$, extraído das amostras de terra. É importante que a determinação da turbidez seja feita logo após a adição dos reagentes e agitação, pois o material em suspensão tende a precipitar com o tempo, causando erros na leitura. Este extrator avalia o S em solução e frações do $S-SO_4^{-2}$ adsorvido às frações coloidais do solo e do S orgânico e da porção solúvel (ALVAREZ, 2001). Sua grande vantagem é o fato de o fosfato adicionado ao solo deslocar o SO_4^{2-} adsorvido. Este extrator é colocado entre os que melhor expressam a disponibilidade do S para as plantas (TEDESCO, et al., 1995).

6.1.1 Método por Turbidimetria

Na sequência, será apresentado o método para determinação do enxofre disponível no solo utilizando a turbidimetria, que reduz a transmissão da luz no meio, proporcional à concentração.

6.1.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução extratora $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$, 500 mg L^{-1} de P: pesar 2,034 g $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ (PM: 252,05), transferir para balão volumétrico de 1 L e dissolver. Completar o volume com solução ácido acético 2 mol L^{-1} .

Solução ácido acético 2 mol L^{-1} : medir 120 mL de ácido acético (CH_3COOH p.a), ($d = 1,05$), transferir para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada e deionizada.

Solução de ácido clorídrico 6,0 mol L^{-1} com enxofre (20 mg L^{-1}): em balão volumétrico de 1000 mL, adicionar 200 mL de água deionizada, em seguida 500 mL de HCl PA ($d = 1,19$) e 0,1087 g de K_2SO_4 p.a. (secado em estufa a 105°C por 2 h). Completar o volume com água deionizada.

Cristais de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ p.a: peneirar os cristais em peneiras de 20 e 60 mesh. Usar os cristais que ficarem retidos na peneira 60.

Carvão ativado: usar produto de boa qualidade, livre de enxofre.

No caso de não se utilizar carvão isento de enxofre, é aconselhável que se proceda à lavagem desse reagente, por três vezes, com solução extratora, com posterior secagem do carvão em estufa.

Solução estoque de enxofre (100 mg L⁻¹): pesar 0,5434 g de K₂SO₄ p.a (secado em estufa). Transferir para balão volumétrico de 1 L. Completar o volume com água deionizada.

Soluções padrão de sulfato diluídas: em balões volumétricos de 50 mL, acrescentar 0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 12,5; 15,0; 20,0 e 25 mL da solução estoque contendo 100 mg L⁻¹ de S (Tabela 26). Completar o volume **com extrator Ca(H₂PO₄)₂.H₂O, 500 mg L⁻¹ de P**, e agitar. Essas soluções contêm, respectivamente, 0, 2, 5, 10, 20, 25, 30, 40, 50 mg L⁻¹ de S-SO₄²⁻ (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

Tabela 26 – Preparo das soluções-padrão 0, 2, 5, 10, 20, 25, 30, 40, e 50 mg dm⁻³ de S-SO₄²⁻

Concentração de S ¹ (mg L ⁻¹)	Solução padrão 100 mg L ⁻¹ de S (mL)	Extrator balão 50 mL (mL)
0,0	0,0	50,0
2,0	1,0	49,0
5,0	2,5	47,5
10,0	5,0	45,0
20,0	10,0	40,0
25,0	12,5	37,5
30,0	15,0	35,0
40,0	20,0	30,0
50,0	25,0	25,0

Fonte: Lana et al. (2010).

Nota: ¹ Concentração dos extratos-padrão.

6.1.1.2 Procedimento para extração

Em erlenmeyer de 125 mL, transferir 10 cm³ de TFSA, em seguida adicionar 25 mL da solução extratora. Agitar 30 min em agitador circular, para depois adicionar ± 0,25 g de carvão ativado, usar medida calibrada. Agitar por mais 3 min e deixar decantar por 3 a 5 min e filtrar em papel de

Tabela 27 – Preparo da curva-padrão de S

Concentração de S (g L ⁻¹)	Solução-padrão diluída (mL)	Carvão ativado (g)
0,0	25,0	0,25
2,0	25,0	0,25
5,0	25,0	0,25
10,0	25,0	0,25
20,0	25,0	0,25
25,0	25,0	0,25
30,0	25,0	0,25
40,0	25,0	0,25
50,0	25,0	0,25

Fonte: Lana et al. (2010).

6.1.1.4 Procedimento para determinação

Pipetar 10 mL do extrato para frasco plástico, acrescentar 1 mL da solução de HCl 6 mol L⁻¹ com S (20 mg L⁻¹). Acrescentar cerca de 0,5 g de BaCl₂.2H₂O peneirado. Pode-se utilizar medida volumétrica calibrada. Esperar um minuto e agitar manualmente até a dissolução dos cristais (30 s). Ler a absorvância e concentração até 8 min após as amostras serem agitadas, em espectrofotômetro a leitura a 420 nm em cubetas de 1,0 cm de largura. Essa etapa deve ser feita com, no máximo, 10 a 12 amostras de cada vez para se efetuar a leitura no tempo especificado (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.1.1.5 Cálculo

$$S-SO_4^{-2} \text{ (mg dm}^{-3}\text{)} = \text{Concentração de S da amostra (leitura)} \times \text{FD}$$

Onde:

FD = fator de diluição = 2,5, obtido pela diluição durante a etapa de extração, de 10 cm³ de solo em 25 mL de solução extratora (25/10).

Observação: Expressar os resultados com dígito decimal para valores abaixo de 20 mg dm⁻³, acima deste valor expressar em algarismo inteiro.

6.1.1.6 Interpretação dos resultados

A Tabela 28 representa os níveis de interpretação do enxofre na análise do solo, ressaltando que esses valores são independentes da cultura.

Tabela 28 – Níveis de interpretação do enxofre (S- SO₄²⁻) na análise do solo, independentemente da cultura

Níveis	Ca(H ₂ PO ₄) ₂ ¹ (mg dm ³)
Muito baixo	≤2,5
Baixo	2,6-5,0
Médio	5,1-10,0
Alto	>10,0
Muito alto	----

Fonte: Vitti (1988).

Nota: ¹ Método de extração: Ca(H₂PO₄)₂.H₂O.

6.2 DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO NO SOLO

O Ca e o Mg são os principais componentes da capacidade de troca de cátions na maioria dos solos. A determinação desses elementos será feita após a extração do solo com sais neutros ou soluções tamponadas a pH pré-fixado, obtendo-se os teores trocáveis. O Ca e o Mg são extraídos das cargas negativas do solo utilizando-se uma solução KCl 1 mol L⁻¹ (sal neutro), sendo que o íon K⁺ (Potássio), por efeito de concentração, passa então a ocupar essas posições. Em solos ácidos, os teores de cálcio e magnésio extraídos por KCl 1 mol L⁻¹ são geralmente inferiores a 12 e 6 cmol_c dm⁻³, respectivamente. Os teores de Mn extraídos com KCl 1 mol L⁻¹ são inferiores aos extraídos por Mg(NO₃)₂. Como o Al³⁺ é determinado por titulação ácido-base, os componentes ácidos do solo extraídos com KCl 1 mol L⁻¹ são referidos como Al³⁺ trocável, não importando a sua natureza (RAIJ; BATAGLIA, 1991).

Os métodos para determinação de Ca^{2+} e Mg^{2+} em extratos de solo são:

- a) **complexométrico com emprego do ácido etilenodiamino tetraacético (EDTA) (titulação)**: nesse método para se fazer a determinação do Ca e Mg que foram deslocados para a solução do solo pelo KCl , faz-se a titulação com EDTA, o qual é uma solução complexante. O Ca desloca o Na do EDTA primeiro, devido ao seu raio de hidratação maior e por último o Mg passa a deslocar o Na. Quando esse for totalmente deslocado, a cor da solução passa do vermelho para o azul;
- b) **espectrometria de absorção atômica** (medida em absorbância), após a extração do solo, uma alíquota do extrato é diluída em cloreto de lantânio (LaCl_3) ou (LaO_3) ou cloreto de estrôncio (SrCl_3), para prevenir interferências ocasionadas pela presença de fosfatos, evitando a formação de compostos estáveis com Ca e Mg e a seguir é submetida à leitura em espectrofotômetro de absorção atômica (RAIJ; BATAGLIA, 1991).

6.2.1 Método Complexométrico com Emprego do EDTA

Para determinação dos metais cálcio e magnésio no extrato do solo são utilizados os métodos: complexométrico com uso do EDTA por titulação e espectrometria de absorção atômica que é a medida da absorbância.

6.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução KCl 1 mol L^{-1} : transferir 74,6 g de KCl para balão de 1000 mL e completar o volume com água deionizada.

Cuidado na preparação dessa solução: o uso de água recentemente destilada com pH não estabilizada pode comprometer a avaliação do alumínio trocável.

Solução de KCN 100 g L^{-1} : pesar 100 g de KCN . Transferir para balão aferido de 1L e completar o volume com água deionizada.

Solução tampão: pesar 67,50 g de NH_4Cl . Passar para balão aferido de 1 L. Juntar cerca de 150 mL de água destilada ou deionizada. Agitar para

dissolver. Adicionar 600 mL de NH_4OH concentrado, 0,616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e 0,930 g de EDTA (sal dissódico). Agitar e homogeneizar. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

Controlar a neutralidade em relação ao Mg^{2+} e ao EDTA do seguinte modo: colocar 3 mL da solução tampão, 30 mL de água destilada ou deionizada e 3 gotas de negro-de-ericromo-T em erlenmeyer de 125 mL. A adição de 1 gota de solução de EDTA $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$ deve ser suficiente para virar da solução rósea para azul-escuro.

Coquetel: colocar, em proveta graduada de 1 L, 600 mL de solução tampão, 300 mL de trietanolamina e 100 mL de solução de KCN a 100 g L^{-1} . Homogeneizar com bastão de vidro e guardar em frasco tampado.

Solução de EDTA $0,05 \text{ mol L}^{-1}$: pesar 18,6126 g de EDTA (sal dissódico), com pureza igual a 100%. Se a pureza do sal for diferente, calcular a quantidade correspondente. Colocar em balão aferido de 1 L. Adicionar água destilada ou deionizada. Agitar e completar o volume.

Para corrigir a molaridade da solução, colocar 10 mL de solução de CaCO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ em erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 4 mL do coquetel, 30 mL de água destilada ou deionizada e 3 gotas de negro-de-ericromo-T. Titular com EDTA $0,05 \text{ mol L}^{-1}$. Devem ser gastos exatamente 10 mL. Acertar a normalidade, adicionando pequenas quantidades de EDTA, se forem gastos mais de 10 mL, ou água destilada, se forem gastos menos de 10 mL.

Solução de EDTA $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$: pipetar 250 mL da solução de EDTA $0,05 \text{ mol L}^{-1}$. Passar para balão aferido de 1 L. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

Solução de CaCO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$: pesar 5,0040 g de CaCO_3 p.a. Colocar em béquer de 400 mL. Umedecer com água destilada ou deionizada. Adicionar, gota a gota, HCl concentrado, até cessar a efervescência. Aquecer, ligeiramente, para facilitar a dissolução. Deixar esfriar. Transferir para balão volumétrico de 1 L, lavando o béquer, várias vezes, com jatos de água provenientes de uma pisseta. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

Indicador negro-de-ericromo-T: pesar 0,2 g de negro-de-ericromo-T. Dissolver em 50 mL de solução de álcool metílico com bórax. Esta solução é instável e deve ser preparada semanalmente.

Solução de álcool metílico com bórax: pesar 4 g de bórax. Dissolver em 250 mL de álcool metílico.

O bórax é pouco solúvel. Se não dissolver com agitação, levar a banho-maria até dissolução. Atenção: Se for necessário usar recipientes para banho-maria com diâmetro grande para afastar suficientemente o metanol da chama. A chama pode resultar em combustão do metanol.

6.2.1.2 Procedimento para extração

Transferir 5 cm³ de TFSA para erlenmeyer de 125 mL e adicionar 50 mL do extrator KCl 1 mol L⁻¹. A seguir agitar por 15 min em agitador circular, não é necessário tampar o erlenmeyer. Deixar em repouso por uma noite para decantar, depois desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.

Em solos com baixa CTC, a agitação por 15 min, seguida de repouso por um período de uma hora e por filtração, leva ao mesmo resultado.

6.2.1.3 Procedimento para determinação

Pipetar, sem filtrar, 125 mL do extrato. Passar para erlenmeyer de 125 mL e adicionar 4 mL do coquetel de cianeto de potássio¹, trietanolamina e solução tampão. Juntar ± 30 mg de ácido ascórbico (preparar medida calibrada para esse fim) e 3 gotas do indicador de negro-de-ericromo-T. O indicador deve ser colocado imediatamente antes do início da titulação. Titular sal dissódico de EDTA 0,0125 mol L⁻¹. A viragem se dá do róseo para o azul-puro. Verificar o número de mL de EDTA gastos na titulação e anotar. A reação do negro-de-ericromo-T próximo ao ponto de equivalência é lenta. Por essa razão, quando começar a ocorrer mudança de cor da solução titulada, deve-se proceder com mais cuidado à liberação da solução de EDTA. Ao se aproximar o final da titulação, se for observada falta de nitidez da cor, adicionar mais duas gotas do indicador.

¹ O cianeto é altamente tóxico para os seres humanos. Se ingerido ou inalado pode entrar em contato com a corrente sanguínea, ligando-se ao ferro das hemoglobinas de forma estável e, interferir no sistema de transporte de oxigênio e gás carbônico, essencial para o metabolismo humano. Na presença de ácido produz cianeto de hidrogênio, que é um gás inflamável, tóxico e asfixiante e inibe processos oxidativos das células (CAMPOS; SILVA, 1999).

6.2.1.4 Cálculo

O teor de $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ existente na amostra é dado pela igualdade: **$\text{cmol}_c \text{ de Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} \text{ dm}^{-3} \text{ de TFSA} = \text{mL de EDTA } 0,0125 \text{ mol L}^{-1} \text{ gastos na titulação}$** (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.2.1.5 Vantagens e desvantagens do método

A extração do $\text{Ca}^{+2} + \text{Mg}^{+2}$ do solo por $\text{KCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$ apresenta resultados comparáveis com os da efetuada com o acetato de amônio 1 mol L^{-1} pH 7,0 e a resina trocadora de cátions. Entretanto, estes dois últimos extratores não permitem, em decorrência do pH elevado, a determinação do Al^{+3} na mesma alíquota. Recomenda-se realizar, periodicamente, uma prova em branco para constatar alguma contaminação (RAIJ; BATAGLIA, 1991).

6.2.2 Método por Espectrometria de Absorção Atômica (EAA)

Para determinação dos metais cálcio e magnésio no extrato do solo são utilizados os métodos: complexométrico com uso do EDTA por titulação (apresentado anteriormente) e espectrometria de absorção atômica que é a medida da absorbância, na sequência.

6.2.2.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução de Lantânio 1 g L^{-1} ou $0,00355 \text{ mol L}^{-1}$: pesar $1,1728 \text{ g}$ de La_2O_3 . Umedecer com água destilada e transferir, com lavagens sucessivas para balão volumétrico de 1 L . Adicionar, aos poucos, HCl concentrado ($d = 1,19$) até verificar a completa dissolução do óxido. Completar o volume com água deionizada. Pode-se usar o $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Nesse caso, deve-se calcular a quantidade necessária do sal para se ter uma solução com 1 g L^{-1} de La. O estrôncio pode ser usado em substituição ao lantânio, contudo, não tem a mesma eficiência quanto ao controle de interferentes.

Solução padrão de cálcio 1000 mg L^{-1} : pesar $2,4966 \text{ g}$ de CaCO_3 e transferir para balão volumétrico de 1 L contendo metade de seu volume com água deionizada. Adicionar 10 mL de HCl concentrado (gota a gota), esperar a solubilização do sal e completar o volume com água destilada ou deionizada.

Solução padrão de magnésio 1000 mg L⁻¹: pesar 1,000 g de magnésio metálico, transferir para balão volumétrico de 1 L e adicionar 10 mL de HCl 6 N (destilado), completando o volume com água destilada ou deionizada.

Solução padrão de magnésio (100 mg L⁻¹): transferir 5 mL da solução 1000 mg L⁻¹ de Mg para balão de 50 mL e completar com água deionizada ou 10 mL da solução 1000 mg L⁻¹ de Mg para balão de 100 mL.

Solução padrão de Ca (25 mg L⁻¹) e Mg (2,5 mg L⁻¹): transferir 2 mL da solução 1000 mg L⁻¹ de Ca para o balão de 100 mL. Neste mesmo balão, adicionar 2,5 mL da solução 100 mg L⁻¹ de Mg e completar com água deionizada (SILVA, 2009).

6.2.2.2 Curva de calibração

A seguir será apresentada a sequência para obtenção da curva de calibração para obtenção das concentrações de Ca e Mg.

6.2.2.2.1 Sequência para obtenção da curva

Para obtenção das concentrações de Ca e Mg, pipetar para balão de 25 mL, 0, 0,5, 1,0, 2,0 e 4,0 mL da solução estoque, acrescentar 0,5 mL de KCl 1 mol L⁻¹ e completar o volume para 25 mL com solução de lantânio de 1 g L⁻¹ ou 0,00355 mol L⁻¹. A Tabela 29 apresenta a sequência da curva de calibração de Ca e Mg.

Tabela 29 – Curva de calibração de Ca e Mg

Concentração ¹ (mg L ⁻¹)		Padrão (25 mg L ⁻¹ Ca e 2,5 mg L ⁻¹ Mg) (mL)	KCl 1 mol L ⁻¹ (mL)
Ca	Mg		
0,0	0,00	0,0	0,5
0,5	0,05	0,5	0,5
1,0	0,10	1,0	0,5
2,0	0,20	2,0	0,5
4,0	0,40	4,0	0,5

Fonte: Silva (2009).

Nota: ¹ Completar o volume para 25 mL com solução de lantânio de 1 g L⁻¹ ou 0,00355 mol L⁻¹.

6.2.2.3 Procedimento para determinação

Pipetar 0,1 mL de cada solução padrão de Ca e Mg para recipiente de 20 mL e adicionar 4,9 mL de solução de lantânio 1 g L^{-1} ou $0,00355 \text{ mol L}^{-1}$ (a função é impedir a formação de compostos refratários com o Ca^{2+} e M^{2+}). Homogeneizar cada solução. Efetuar as leituras das concentrações de Ca e Mg no espectrofotômetro de absorção atômica (EAA).

6.2.2.4 Cálculo

$$\text{Fator de diluição (FD)} = \frac{50 \text{ mL} \times 5 \text{ mL}}{5 \text{ cm}^3 \times 0,1} = 500$$

Onde:

Leitura do aparelho: mg L^{-1} , transformar para $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$;

$1 \text{ cmol}_c \text{ Ca} = 200 \text{ mg}$ (mol do cálcio dividido pela valência);

$1 \text{ cmol}_c \text{ Mg} = 121,5 \text{ mg}$ (mol do magnésio dividido pela valência).

6.2.2.5 Interpretação dos resultados

A Tabela 30 apresenta a interpretação dos resultados para cálcio e magnésio para o Estado do Paraná.

$$\text{Para Ca} \rightarrow \frac{\text{Leitura} \times \text{FD}}{200} \Rightarrow \text{Leitura} \times 2,5 \text{ (cmol}_c \text{ dm}^{-3}\text{)}$$

$$\text{Para Mg} \rightarrow \frac{\text{Leitura} \times \text{FD}}{121,5} \Rightarrow \text{Leitura} \times 4,115 \text{ (cmol}_c \text{ dm}^{-3}\text{)}$$

Tabela 30 – Interpretação dos resultados de Ca e Mg para o Estado do Paraná

Níveis ou classes	Nutriente (cmol _c dm ⁻³) ¹			
	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺ + Mg ²⁺	CTC
Muito baixo	----	≤0,40	≤2,40	≤5,00
Baixo	≤2,00	0,40-0,60	2,40-2,60	5,00-8,00
Médio	2,00-4,00	0,61-0,80	2,61-4,80	8,01-15,00
Alto	≥4,00	≥0,8	≥4,80	15,01-20,00
Muito alto	----	----	----	≥20,00

Fonte: Costa e Oliveira (2001).

Nota: ¹ Método de extração: KCl 1 mol L⁻¹.

6.3 DETERMINAÇÃO DE SÓDIO TROCÁVEL NO SOLO

A salinização consiste na acumulação do solo de sais solúveis em água. Estes sais contêm os íons potássio (K⁺), magnésio (Mg²⁺), cálcio (Ca²⁺), cloreto (Cl⁻), sulfato (SO₄²⁻), carbonato (CO₃²⁻), bicarbonato (HCO₃⁻) e sódio (Na⁺). A acumulação de sódio é também chamada sodificação. Os sais dissolvem-se e circulam com a água. Quando esta se evapora, deposita os sais na forma de resíduos. A salinização primária consiste na acumulação de sais por processos naturais, devido a um elevado teor de sais nos materiais de origem ou nas águas subterrâneas. A salinização é causada por atividades humanas como práticas de irrigação inadequadas, com águas de elevado teor de sais e/ou acompanhadas de drenagem insuficiente (MEURER, 2010).

6.3.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Solução extratora duplo-ácida (HCl 0,05 mol L⁻¹ + H₂SO₄ 0,0125 mol L⁻¹) (MEHLICH, 1978).

Solução padrão de sódio 10 mmol L⁻¹ de Na: pesar 0,5850 g de NaCl p.a, previamente secado em estufa a 105°C. Passar para balão aferido de 1 L. Dissolver e completar o volume com água destilada ou deionizada.

Solução padrão de sódio 1,0 mmol L⁻¹ de Na: pipetar 100 mL da solução de 10 mmol L⁻¹ de Na. Passar para balão aferido de 1 L. Completar o volume com água destilada ou deionizada.

Soluções padrão de sódio (0,1 mmol; 0,2 mmol; 0,3 mmol e 0,4 mmol L⁻¹ de Na: pipetar 50 mL, 100 mL, 150 mL e 200 mL da solução padrão de 1,0 mmol L⁻¹ de Na. Colocar em balões aferidos de 500 mL. Completar o volume com solução extratora. Transferir para frascos apropriados. Identificar cada um deles com a concentração correspondente (SILVA, 2009).

6.3.2 Procedimento para Extração

Colocar 10 cm³ de TFSA em erlenmeyer de 125 mL e adicionar 100 mL da solução extratora duplo-ácida. Agitar durante 5 min em agitador horizontal circular. Decantar durante uma noite, após desfazer os montículos que se formam no fundo dos erlenmeyers.

6.3.3 Procedimento para Determinação por Fotometria de Chama

Transferir 20 mL do extrato para copo de café descartável e efetuar leitura no fotômetro de chama. Anotar o valor. Em razão da diluição de 1:10 na extração, as concentrações de Na⁺ nos padrões de mmol L⁻¹ correspondem aos teores de sódio da amostra, em mmol dm⁻³. Assim, o cálculo do teor de sódio trocável, na amostra, dado pela extração.

6.3.4 Cálculos

Teor de sódio no solo:

mg de Na dm⁻³ na TFSA = leitura x concentração ajustada pela equação de calibração x 230 ou mg de Na dm⁻³ na TFSA = leitura x F_{Na} x 230

Onde:

F_{Na} = coeficiente angular da reta.

6.3.5 Cálculo da Concentração

Fator diluição (FD): 5 cm³ solo ----- 50 mL do extrator

FD = 10

$$\frac{FD}{230} = \frac{10}{230} = 0,0434 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$$

cmol_c de Na dm^{-3} na TFSA = concentração x (ajustado pela equação de calibração) x 0,0434

Leitura no fotômetro $\rightarrow y = 31,9$

$$y = 2,59x + 4,44$$

$$31,9 - 4,44 = 2,59x$$

$$24,46 = 2,59x$$

$$x = 9,44 \text{ (concentração)}$$

6.3.5.1 Cálculo da concentração final

$$\text{Na}^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = \text{concentração } x \\ \text{(ajustado pela equação de calibração) } x 0,0434$$

$$\text{Na}^+ \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3} = 9,44 x 0,0434 = 0,409 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$$

Conforme Meurer (2010), os solos afetados por sais podem ser classificados como salinos (altas concentrações de sais solúveis), sódicos (altas concentrações de sódio trocável) e salino-sódicos (altas concentrações de sais e de sódio trocável). A Tabela 31 apresenta as características químicas dos solos salinos, sódicos e salino-sódicos.

Tabela 31 – Características químicas dos solos salinos, sódicos e salino-sódicos

	Condutividade elétrica ¹	PST ²
Salinos	4,0 e <7,0	<15
Sódicos	<4,0	6-15
Salino-Sódicos	>7,0	>= 15

Fonte: Meurer (2010).

Nota: ¹ Condutividade elétrica no extrato de saturação em dS m^{-1} ; ² Porcentagem de saturação por sódio na CTC.

De acordo com Richards (1954), os solos são salinos, sódicos e salino-sódicos conforme a Tabela 32.

Tabela 32 – Características químicas dos solos salinos, sódicos e salinos-sódicos

	Condutividade elétrica ¹	PST ²	pH
Salinos	>4	<15	<8,4
Sódicos	<4,0	>15	<8,4
Salino-Sódicos	>4,0	>15	<8,4

Fonte: Richards (1954).

Nota: ¹ Condutividade elétrica no extrato de saturação em dS m⁻¹; ² Porcentagem de saturação por sódio na CTC.

6.4 DETERMINAÇÃO DE COBRE, FERRO, MANGANÊS E ZINCO NO SOLO

Complexação dos metais com o ácido dietilenoaminopentacético (DTPA): o DTPA está entre os melhores agentes quelantes para complexar simultaneamente o Cu, Fe, Mn e o Zn. Em soluções compostas por reagentes complexantes como o DTPA, ocorre quelação de íons livres de Cu, Fe, Mn e Zn em solução, formando complexos solúveis e, em consequência, há redução de sua disponibilidade para as plantas. Em resposta, íons de Cu, Fe, Mn e Zn desorvem da sua superfície do solo ou dissolvem da fase sólida para reabastecer. A quantidade de cobre, ferro, manganês e zinco quelatados que acumula na solução durante a extração é uma função da atividade desses íons livres na solução do solo (fator capacidade), da estabilidade do quelato e da capacidade do quelante em competir com a matéria orgânica pelo íon (RAIJ; BATAGLIA, 1991; ABREU et al., 1997).

6.4.1 Método por Espectrometria de Absorção Atômica

Na sequência é apresentada a metodologia para preparo dos reagentes para extração e também para determinação do cobre, ferro, manganês e zinco no solo pelo método de espectrometria de absorção atômica.

6.4.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes para extração

Solução de DTPA 0,005 mol L⁻¹ + trietanolamina (TEA) 0,1 mol L⁻¹ + cloreto de cálcio 0,01 mol L⁻¹, a pH 7,3: dissolver 1,96 g de DTPA $\{[(\text{HO}(\text{CO})_2)_2\text{NCH}_2]_2\text{COOH}\}$ num béquer com aproximadamente 200 mL de

água deionizada (dissolução parcial). Adicionar 14,9 mL de trietanolamina e, em seguida, 1,47 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Transferir para balão volumétrico de 1 L, completar o volume com água deionizada. Corrigir o pH para 7,3 com ácido clorídrico 4 mol L^{-1} .

Solução de ácido clorídrico (HCl) 4 mol L^{-1} : adicionar vagarosamente e cuidadosamente 331 mL de HCl concentrado ($d = 1,19$) em aproximadamente 500 mL de água deionizada. Completar o volume até 1 L (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.4.1.2 Metodologia para preparo dos reagentes para determinação

Podem ser utilizados padrões comerciais prontos ou preparar a solução padrão.

Padrões comerciais:

Solução padrão de 1000 mg L^{-1} ou 1 g L^{-1} : a partir de ampolas comerciais, dissolver o conteúdo de cada uma das bisnagas de Cu, Fe, Mn e Zn em balões volumétricos de 1 L com água deionizada.

Padrões não comerciais:

Cobre 500 mg L^{-1} : transferir 0,500 g de cobre metálico para balão volumétrico de 1 litro, adicionar 10 mL de ácido nítrico concentrado e completar o volume com água deionizada.

Ferro 0,001 mg L^{-1} : transferir 1,000 g de ferro metálico para balão volumétrico de 1 litro, acrescentar 50 mL de ácido nítrico concentrado e completar o volume com água deionizada.

Manganês 1,0004 g mL^{-1} ou 1,0004 x 10^{-6} mg L^{-1} : transferir 3,0765 g de sulfato manganoso ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) para balão volumétrico de 1 litro, adicionar 5 mL de ácido sulfúrico concentrado e completar o volume com água deionizada.

Zinco 1000 mg L^{-1} : transferir 1,000 g de zinco metálico para balão volumétrico de 1 litro, adicionar 10 mL de solução de ácido clorídrico destilado 6 N e completar o volume com água deionizada, após a dissolução do sal (TEDESCO et al., 1995).

6.4.1.3 Materiais e equipamentos

Para determinação de cobre, ferro, manganês e zinco são utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- a) cachimbos de PVC com 10 cm³ de capacidade;
- b) conjunto de frascos cônicos de polietileno com capacidade para 115 mL (altura de 8 cm e diâmetro de 4,5 cm), com tampa de plástico, colocados em bandeja de isopor postas em suporte de alumínio;
- c) dispensador tipo garrafa com capacidade para 10 mL ou 20 mL;
- d) agitador circular-horizontal regulado para 220 rpm;
- e) papel de filtro, faixa azul, com 11 cm de diâmetro;
- f) béquer volumétrico de 1 L;
- g) peagômetro;
- h) balões volumétricos de 100 mL e 1000 mL;
- i) pipetas volumétricas de 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL e 25 mL;
- j) lâmpadas de cátodo oco para Cu, Fe, Mn e Zn;
- k) espectrofotômetro de absorção atômica.

6.4.1.4 Procedimento para extração

Transferir 20 cm³ de solo para frascos cônicos de polietileno e adicionar 40 mL da solução de extratora (DTPA + TEA + CaCl₂). Tampar os frascos e agitar por 2 h em agitador circular-horizontal a 220 rpm. Filtrar a suspensão por, no máximo, 1 h.

6.4.1.5 Procedimento para determinação da curva de calibração

Soluções de trabalho I: transferir 4 mL da solução padrão de Cu (500 mg L⁻¹), 5 mL da solução padrão de Fe (1000 mg L⁻¹), 2 mL da solução padrão de Mn (1000 mg L⁻¹) e 1 mL da solução padrão de Cu (1000 mg L⁻¹), para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com solução extratora de DTPA. Essa solução conterá 20 mg L⁻¹ de Cu, 50 mg L⁻¹ de Fe, 20 mg L⁻¹ de Mn e 10 mg L⁻¹ de Zn.

Soluções de trabalho II: transferir os volumes (Tabela 33) da solução de trabalho I para balões volumétricos de 100 mL e completar o volume com a solução extratora de DTPA (SILVA, 2009).

Tabela 33 – Soluções de trabalho I e II e concentração no extrato

Solução de trabalho II	Solução de trabalho I (mL)	Concentrações no extrato (mg L ⁻¹)			
		Cu	Fe	Mn	Zn
1	0	0	0	0	0
2	5	1,0	2,5	1,0	0,5
3	10	2,0	5,0	2,0	1,0
4	20	4,0	10,0	4,0	2,0
5	25	5,0	12,5	5,0	2,5

Fonte: Silva (2009).

6.4.1.6 Procedimento para determinação

Ler diretamente no filtrado a concentração de cobre, ferro, manganês e zinco, no máximo, 24 h após a filtração.

6.4.1.7 Cálculo

Concentração de cobre, ferro, manganês e zinco (mg dm⁻³) de solo =
concentração (mg L⁻¹) x 2.

6.5 DETERMINAÇÃO DE BORO EM SOLOS

O boro ocorre na forma de borato nos minerais silicatados. Nos solos, as formas disponíveis para as plantas são principalmente o ânion borato e o ácido bórico. Solos ácidos bem intemperizados apresentam valores muito baixos de boro, enquanto solos salinos podem conter teores tóxicos. A extração de B com água quente é muito utilizada, determinando-se o B extraído por colorimetria com curcumina. A padronização do procedimento analítico é fundamental nesta análise, utilizando-se um bloco digestor para controle da temperatura de extração (140°C) (GUTERRES, 1986).

6.5.1 Método por Espectrometria de Absorção Molecular com Extrator Água Quente

Na sequência é apresentada a metodologia para preparo dos reagentes e das soluções para determinação do boro por espectrometria de absorção molecular utilizando como extrator a água quente.

6.5.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Etanol 96% (produto técnico de boa qualidade).

Curcumina: pesar 0,04 g de curcumina e 5,0 g de ácido oxálico e dissolver a 100 mL de etanol 96%. Manter em refrigerador e preparar solução nova a cada 15 dias.

Solução padrão de 50 mg L⁻¹ de B: dissolver 0,286 g de H₃BO₃ (secado a 105°C por 2 h) a 1 L com água destilada.

Soluções de trabalho: diluir 0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mL da solução padrão de 50 mg L⁻¹ de B a 100 mL em balões volumétricos. Estes padrões terão 0,0; 0,25; 0,50; ,75 e 1,0 mg L⁻¹ de B, respectivamente (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.5.1.2 Materiais e equipamentos

Para determinação do boro são utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- a) bloco digestor com controle eletrônico de temperatura;
- b) tubos de 25 x 250 mm;
- c) banho-maria ou estufa com temperatura controlada ($55 \pm 3^\circ\text{C}$);
- d) funis de vidro (para condensação de 30 mm de diâmetro na parte mais larga, com 45 mm de comprimento e 5 mm de diâmetro externo na base);
- e) centrífuga (2000 rpm);
- f) espectrofotômetro.

6.5.1.3 Procedimento para extração

Transferir 5 mL de solo em tubos de 25 x 250 mm e, em seguida, adicionar 12,5 mL de água destilada. Agitar manualmente alguns segundos e colocar no bloco digestor a 140°C e cobrir os tubos com funil de vidro e manter no bloco exatamente 9 min. Retirar os tubos e esfriar rapidamente. Agitar manualmente e transferir para tubos de centrífuga de 25 ou 50 mL e centrifugar a 2000 rpm por 15 min (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.5.1.4 Procedimento para determinação

Transferir uma alíquota de 0,5 mL do sobrenadante para copos plásticos. Adicionar 2 mL de curcumina e secar a 55°C. Adicionar 10 mL de etanol 96% e agitar manualmente para dissolver o precipitado. Proceder às leituras em um espectrofotômetro a 540 nm (GUTERRES, 1986).

6.5.1.5 Cálculo

Boro (mg dm^{-3}) de solo = leitura x FD

$$\text{Fator de diluição (FD)} = \frac{12,5 \times 10}{5 \times 0,5} = 50$$

6.5.2 Método por Espectrometria de Absorção Molecular

Na sequência é apresentada a metodologia para preparo dos reagentes e das soluções para determinação do boro por espectrometria de absorção molecular.

6.5.2.1 Metodologia para preparo dos reagentes

Solução tampão: dissolver 250 g de acetato de amônio p.a e 15 g de EDTA (ácido etilenodiaminotetracético) em 400 mL de água deionizada. Adicionar vagarosamente 125 mL de ácido acético glacial.

Solução de azometina-H a 0,9% em ácido ascórbico-L: dissolver 0,9 g de azometina-H em 100 mL de solução de ácido ascórbico-L a 20 g L⁻¹. Esse reagente pode ser preparado semanalmente e guardado em refrigerador.

Solução padrão de 1000 mg L⁻¹ de B: dissolver 5,7178 g de ácido bórico p.a (reagente grau analítico) em água deionizada e completar o volume para 1 L.

Solução padrão intermediária I (40 mg L⁻¹ de B): transferir uma alíquota de 4,0 mL de solução padrão de 1000 mg L⁻¹ de B e diluir a 100 mL com a solução extratora de cloreto de bário 1,25 g L⁻¹. Essa solução deve ser estocada por, no máximo, uma semana.

Solução padrão intermediária II (4 mg L⁻¹ de B): transferir uma alíquota de 10 mL da solução intermediária I e diluir a 100 mL com solução extratora de cloreto de bário 1,25 g L⁻¹. Preparada diariamente.

Solução padrão de trabalho: transferir os volumes (Tabela 34) da solução padrão intermediária II para balões volumétricos de 100 mL e completar o volume com a solução extratora de cloreto de bário 1,25 g L⁻¹ (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

Tabela 34 – Solução padrão de trabalho e concentração de boro

Solução padrão de trabalho	Solução padrão intermediária II	Concentração de boro	
		No extrato (mg L ⁻¹)	No solo (mg dm ⁻³)
1	2	0,08	0,16
2	5	0,20	0,40
3	10	0,40	0,80
4	15	0,60	1,20
5	20	0,80	1,60
6	25	1,00	2,00

Fonte: Silva (2009).

6.5.2.2 Procedimento para determinação

Transferir uma alíquota de 4 mL do extrato ou de solução padrão para tubos de ensaio e adicionar 1 mL da solução tampão e homogeneizar, em seguida juntar 1 mL da solução de azometina-H e agitar manualmente. Deixar em repouso, no escuro, por 30 min. Proceder às leituras em um espectrofotômetro a 420 nm (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.5.2.3 Cálculo

Concentração de B (mg dm^{-3}) de solo = concentração (mg L^{-1}) x 2

6.5.2.4 Interpretação dos resultados

A Tabela 35 demonstra os limites de interpretação dos teores de micronutrientes (cobre, ferro, manganês, zinco e boro em solos).

Tabela 35 – Limite de interpretação dos teores de micronutrientes em solos em mg dm^{-3}

Teor	Cobre ²	Ferro ²	Manganês	Zinco ²	Boro ¹
Baixo	0 – 0,2	0 – 4	0 – 1,2	0 – 0,05	0 – 0,20
Médio	0,3 – 0,8	5 – 12	1,3 – 5,0	0,6 – 1,2	0,21 – 0,60
Alto	>0,8	>12	> 5,0	>1,2	>0,60

Fonte: Raij e Bataglia (1991).

Nota: ¹ Método de extração: água quente; ² Método de extração: DPTA.

6.6 DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO TOTAL NO SOLO

O procedimento a seguir é baseado no método descrito por Kjeldhal (1883), modificado para aumentar a sensibilidade do método. Discussão detalhada, de cada fase do procedimento, foi apresentada por Bremner (1965) e Bremner e Mulvaney (1982).

No método Kjeldhal, o N da amostra é reduzido a NH_4^+ pela digestão com H_2SO_4 concentrado. Para aumentar a rapidez e a eficiência da conversão do N orgânico em N- NH_4^+ pela digestão com H_2SO_4 , adicionam-se sais como K_2SO_4 OU Na_2SO_4 , para aumentar a temperatura da digestão e/ou catalisadores para facilitar a oxidação da matéria orgânica, como Se, Hg ou Cu. Neste método, a digestão com H_2SO_4 não é completa para o N orgânico de compostos heterocíclicos refratários (piridinas), e de certos compostos contendo ligações N-N e N-O (N_2H_4 e NO_3^-). Com exceção para NO_3^- , são compostos encontrados em quantidades suficientes para alterar os resultados. Em solos, o teor de NO_3^- é geralmente insignificante em relação ao N total, mas em material vegetal podem ocorrer altas porcentagens de NO_3^- . Devido à eficiência do método de digestão em tubos de 25 x 250 mm com bloco digestor (350-375°C), mantendo-se a mistura de digestão e

catalisador nas proporções recomendadas, foi adotado o mesmo (BREMNER; MULVANEY, 1982). Para amostras com alto teor de nitrato (acima de 10% do valor de N total), é recomendado o método modificado com redução prévia de nitrato por permanganato e ferro reduzido (BREMNER; SHAW, 1958).

6.6.1 Materiais e Equipamentos

Para determinação do boro são utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- a) bloco digestor com 40 provas para tubos de 25 x 250 mm com controle de temperatura até 400°C;
- b) agitador magnético para titulação;
- c) destilador de vapor semi-micro-Kjeldahl (BREMNER; EDWARDS, 1965), modificado por Tedesco e Gianello (1979);
- d) microbureta de 5 mL com carregamento automático (gradação de 0,01 mL).

6.6.2 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

H₂SO₄ concentrado (d = 1,84).

NaOH 10 mol L⁻¹: pesar 400 g de NaOH e dissolver em 800 mL de água destilada em copo de béquer. Após esfriar, transferir para balão volumétrico e completar o volume para 1 L.

Mistura de digestão: moer em almofariz separadamente 100 g de Na₂SO₄, 10 g de Cu₂SO₄·H₂O e 1 g de Se (metálico). Misturar bem, e moer novamente a mistura.

Solução de indicador ácido bórico (H₃BO₃): dissolver 40 g de H₃BO₃ em 1.400 mL de água quente, ou diluir a quente. Após esfriar, transferir para um balão volumétrico de 2 L contendo 400 mL de etanol 95% e 40 mL de uma solução obtida pela dissolução de 0,660 g de verde de bromocresol e 0,330 g de vermelho de metila em 1000 mL de etanol 95%. Misturar as soluções no balão volumétrico e adicionar cuidadosamente NaOH 0,05 mol L⁻¹ até que mal se observe uma leve mudança de cor roxa para verde claro ao adicionar 1 mL de água destilada a 1 mL do indicador. Completar o volume

a 2 L com água destilada e misturar. Pode-se também determinar o pH da solução, que deve ficar entre 5,0 e 5,1.

Solução de H_2SO_4 0,025 mol L⁻¹: dissolver 1,4 mL de H_2SO_4 concentrado a 1 L com água destilada (1 mL desta solução gasto na titulação corresponde a 700 µg de N).

Padronização do ácido com TRIS: O TRIS ou THAM (Tris-(hidroximetil) amino metano) é um padrão primário para a standardização de soluções diluídas de ácidos. Possui alto peso molecular, é incolor, não higroscópico e pode ser obtido com alta pureza. Não absorve CO_2 que na forma sólida quem em solução. Seu pH no ponto de equivalência é de 4,7. As soluções são estáveis à temperatura ambiente por no mínimo 3 meses.

Para a padronização do ácido procede-se da seguinte maneira:

- pesar 0,7 g de TRIS (reagente Merck nº 8382) e secar por 1 h a 102°C (não deixar nesta temperatura por mais de 2 h);
- dissolver 0,6057 g do reagente seco em balão volumétrico de 100 mL com água destilada livre de CO_2 ;
- ajustar o volume e homogeneizar. A solução assim preparada é de 0,050 mol_c L⁻¹;
- pipetar 10,00 mL da solução 0,050 mol_c L⁻¹ de TRIS para um frasco de erlenmeyer de 125 mL (em duplicata);
- adicionar 10 mL de água destilada livre de CO_2 ;
- adicionar 5 mL do indicador ácido bórico e titular com ácido. No ponto de viragem, o indicador passa da cor verde-claro a rosa-claro permanente, conforme a equação:

$$\text{H}^+ (\text{mol}_c \text{L}^{-1}) = \frac{10,00 \times 0,050}{\text{mL H}^+} ;$$

- para a titulação do ácido 0,0025 mol L⁻¹ utilizar somente 2,00 mL da solução TRIS 0,050 mol_c L⁻¹.

Solução de KMnO_4 5%: dissolver 50 g de KMnO_4 em 1000 mL de água destilada e guardar em frasco escuro.

Solução de H_2SO_4 50%: adicionar (vagarosamente e agitando) 500 mL H_2SO_4 concentrado a 500 mL de água destilada.

Ferro reduzido: moído até passar em peneira de 100 mpp (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.6.3 Procedimento para Determinação do Nitrogênio Total (para Amostras com Baixo Teor de Nitrato)

Pesar 0,500 g de solo mineral e colocar em tubos de 25 x 250 mm (para solos orgânicos (MO>8%, utilizar 0,200 g). Adicionar 1 mL de H₂O₂ 30% e também 2,0 mL de H₂SO₄. Deixar esfriar 15-10 minutos. Adicionar 0,7 g de mistura digestora (usar medida calibrada e funil de haste longa). Colocar no bloco digestor e elevar a temperatura a 250°C. Manter a esta temperatura por 15 a 20 min (aquecimento gradual; começar com o bloco frio ou abaixo de 150°C). Elevar a temperatura a 350-375°C (marcar o tempo em que as amostras perdem a coloração preta, ficando cor palha). Após clarear (cor amarelo-esverdeado) manter a 350-375°C por duas horas. Deixar esfriar sobre uma placa de amianto ou madeira. Adicionar 5 mL de água destilada e agitar manualmente ou em agitador de tubos. Conectar o tubo de digestão ao destilador Kjeldahl e adicionar vagarosamente 10 mL de NaOH 10 mol L⁻¹. Destilar em 5 mL de indicador ácido bórico. Após coletar 35-40 mL de destilado, parar a destilação e titular com H₂SO₄ 0,025 mol L⁻¹. A cor muda de verde a rosa. Usar microbureta de 5 mL e agitador magnético.

Observação: Antes das amostras, destilar e titular a prova em branco. A sensibilidade do método (0,01 mL de ácido gasto e amostra de 0,5 g) é 0,001% (TEDESCO et al., 1995).

6.6.3.1 Cálculo

$$N (\%) = \frac{(VH^+_{\text{amostra}} - VH^+_{\text{branco}})}{\text{amostra(g)} * 10.000} * 700$$

Para o ácido 0,025 mol L⁻¹.

6.6.4 Procedimento para Determinação do Nitrogênio Total (para Amostras com Alto Teor de Nitrato)

Pesar 0,500 g de solo mineral e colocar em tubos de 25 x 250 mm (para solos orgânicos (MO>8%, utilizar 0,200 g). Adicionar na sequência: 1 mL de H₂O₂ 30%; 1 mL de KMnO₄ 50% e 2,0 mL de H₂SO₄. Depois de 50 min, adicionar 0,5 g de Fe reduzido. Digerir por 1 h em temperatura inferior a 100°C. Adicionar 0,7 g de mistura digestora (usar medida calibrada e funil de haste longa). Adicionar 2,0 mL de H₂SO₄. Colocar no bloco digestor e elevar a temperatura a 250°C. Manter a esta temperatura por 15 a 20 min (aquecimento gradual; começar com o bloco frio ou abaixo de 150°C). Elevar a temperatura a 350-375°C (marcar o tempo em que as amostras perdem a coloração preta, ficando cor palha). Após clarear (cor amarelo-esverdeado) manter a 350-375°C por duas horas. Deixar esfriar sobre uma placa de madeira e adicionar 5 mL de água destilada e agitar manualmente ou em agitador de tubos. Conectar o tubo de digestão ao destilador Kjeldahl e adicionar vagarosamente 10 mL de NaOH 10 mol L⁻¹. Destilar em 5 mL de indicador ácido bórico. Após coletar 35-40 mL de destilado, parar a destilação e titular com H₂SO₄ 0,025 mol L⁻¹. A cor muda de verde a rosa. Usar microbureta de 5 mL e agitador magnético.



Observação: Antes das amostras, destilar e titular a prova em branco. A sensibilidade do método (0,01 mL de ácido gasto e amostra de 0,5 g) é 0,001%.



6.6.4.1 Cálculo

$$N (\%) = \frac{(VH^+_{\text{amostra}} - VH^+_{\text{branco}})}{\text{amostra(g)} * 10.000} * 700 \text{ (Para o ácido } 0,025 \text{ mol L}^{-1}\text{)}$$

6.7 DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO MINERAL (NITRATO, NITRITO E AMÔNIO) NO SOLO

Na maioria dos solos, o N inorgânico se encontra na forma NH_4^+ e NO_3^- . Geralmente o NO_2^- ocorre em quantidades muito pequenas. Alguns solos podem ter NH_4^+ fixado (não trocável) nos minerais de argila do tipo 2:1), o qual não é extraído por solução de KCl (que extrai o NH_4^+ trocável e da solução). O método de determinação de NH_4^+ ficado é descrito por Silva e Bremner (1966). A avaliação de NH_4^+ trocável, NO_2^- e NO_3^- no solo é dificultada porque essas formas de N se modificam rapidamente pela mineralização da matéria orgânica (amonificação), nitrificação, desnitrificação, etc. As análises deveriam ser feitas imediatamente após a coleta. O congelamento possibilita guardar amostras por tempo indeterminado. A secagem não paralisa totalmente as reações microbianas (principalmente a mineralização). O procedimento para determinação de amônio (NH_4^+) e nitrato (NO_3^-) trocáveis envolve a destilação por arraste de vapores das soluções contendo essas formas de nitrogênio mineral, MgO e liga de Devarda. Em meio alcalino forte, criado pela adição de MgO , o NH_4^+ é convertido em amônia (NH_3), que é arrastada por vapores, condensada e depositada em solução avermelhada de ácido bórico. O uso da liga de Devarda tem por finalidade reduzir o nitrato a amônio, que é convertido em NH_3 , se dá indiretamente por titulação (H_2SO_4 0,005 mol L^{-1}), via restituição do ácido bórico utilizado na formação de borato de amônio, composto que confere a cor verde-azulada à solução condensada (SILVA, 2009).

6.7.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Solução de cloreto de potássio 1 mol L^{-1} : dissolver 74,5 g de KCl , com baixíssimas concentrações de nitrogênio, em 1 L de água destilada.

Solução de ácido bórico a 2%: pesar 40 g de ácido bórico p.a em um béquer de 2 L, adicionar 1,6 L de água destilada, aquecer e agitar até a dissolução de ácido bórico. Adicionar 200 mL de solução indicadora, preparada pela dissolução de 0,132 g de verde-de-bromocresol e 0,066 g de vermelho-de-metila em 1 L de etanol 95%. Esfriar a solução e, em balão volumétrico, completar o volume, até 2 L, com etanol 95%.

Óxido de magnésio p.a.

Liga de Devarda p.a.

Solução de ácido sulfúrico 0,0025 mol L⁻¹: Obtida pela dissolução, em água, de 10 vezes de solução de H₂SO₄ 0,025 mol L⁻¹. Nessa etapa, faz-se necessária a determinação correta da concentração do H₂SO₄, com o uso de solução títrol de NaOH 0,1 mol L⁻¹.

Solução de ácido sulfâmico: Dissolver 2 g do reagente puro em 100 mL de água destilada. Guardar em refrigerador. Se não houver disponibilidade de reagente de boa qualidade, pode-se purificar o NH₂SO₃H por cristalização em água quente.

Indicador verde-de-bromocresol p.a.

Indicador verde-de-metila p.a (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

6.7.2 Procedimento para Extração para Determinação de N Mineral (NH₄⁺ + NO₃⁻ + NO₂⁻)

Pesar 5 g de TFSA (peneira de 2 mm) em erlenmeyer de 125 mL e adicionar 50 mL de solução de cloreto de potássio 1 mol L⁻¹. Agitar por 0,5 h e deixar decantar por 0,5 h. Se a destilação não for feita dentro de 24 h subsequentes à extração, é conveniente filtrar o extrato em filtro Whatman nº 42, com posterior armazenamento em refrigeração a 4°C, até que a destilação possa ser efetuada.

6.7.3 Procedimento para Determinação N Mineral (NH₄⁺ + NO₃⁻ + NO₂⁻) (TEDESCO et al., 1995)

Pipetar uma alíquota de 20 mL do extrato para frasco de destilação de 100 mL. Ajustar no condensador um frasco de erlenmeyer de 50 mL contendo 5 mL de indicador ácido bórico. Adicionar 0,2 g de MgO e 0,2 g de liga de Devarda. Conectar imediatamente o frasco no destilador e iniciar a destilação levantando a coluna d'água. Recolher 35-40 mL de destilado no frasco de erlenmeyer. Parar a destilação e titular o destilado. O destilado contém a soma de NH₄⁺, NO₃⁻ e NO₂⁻. Antes das amostras, destilar e titular a prova em branco.

6.7.3.1 Cálculo

$$N \text{ mineral (mg kg}^{-1}\text{)} = \frac{\text{mL H}^+ \text{ am} - \text{mL H}^+ \text{ br)} \times 70 \times 2,5}{5\text{g}}$$

Onde:

Para H_2SO_4 $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$, 5 g de solo extraído com 50 mL de cloreto de potássio 1 mol L^{-1} e destilação de 20 mL do extrato.

Expressar o resultado em número inteiro.

6.7.4 Procedimento para Extração para Determinação de Amônio e Nitrato (SILVA, 2009)

Pesar 10 g de TFSA (peneira de 2 mm) em erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 100 mL de solução de cloreto de potássio 1 mol L^{-1} . Agitar por 1 h. Deixar em repouso por 1 h. Se a destilação não for feita dentro de 24 h subsequentes à extração, é conveniente filtrar o extrato em filtro Whatman nº 42, com posterior armazenamento em refrigeração a 4°C , até que a destilação possa ser efetuada.

Amônio: Pipetar 30 mL do sobrenadante límpido (extrato). Adicionar em tubos de digestão, e em seguida adicionar 0,2 g de MgO p.a. Proceder à destilação da alíquota de 30 mL em destilador de arraste de vapores (Método de Kjeldhal). Coletar o condensado em erlenmeyer de 125 mL, contendo 5 mL de solução indicadora de ácido bórico a 2%. O volume do condensado no erlenmeyer de ácido bórico deve atingir 50 mL (mais ou menos 3 min de destilação).

Nitrato: Nessa fase, utiliza-se a mesma alíquota de 30 mL destilada anteriormente. A essa quantidade de extrato adiciona-se 0,2 g de liga de Devarda. Proceder novamente à destilação dessa solução em destilador de arraste de vapores, em novo erlenmeyer com ácido bórico, até que o volume do condensado nesse recipiente atinja 50 mL.

Nitrito: Pipetar uma alíquota de 30 mL do extrato para um frasco de destilação de 100 mL. Adicionar 1 mL da solução de ácido sulfâmico e

agitar com cuidado por alguns minutos. Adicionar 0,2 g de MgO e destilar até recolher 35-40 mL de destilado. Ajustar no condensador um frasco de erlenmeyer de 50 mL contendo 5 mL de indicador ácido bórico. Parar a destilação baixando a coluna de água. Ajustar no condensador outro frasco de erlenmeyer de 50 mL contendo 5 mL de indicador ácido bórico. Adicionar 0,2 g de liga de Devarda pelo braço de carga lateral do frasco de destilação. Fechar imediatamente o braço e iniciar a destilação. Recolher 35-40 mL do destilado no frasco de erlenmeyer. Parar a destilação e titular o destilado.

6.7.4.1 Cálculo

Teor de nitrogênio amônio e nitrato no solo:

$$\text{N-NH}_4^+ \text{ ou N-NO}_3^- \text{ (mg kg}^{-1}\text{)} = A \times B \times C \times D$$

Onde:

A = 3,3333, obtido da divisão de 100 (quantidade em mL de KCl 1 mol L⁻¹ usada na extração) por 30 (alíquota em mL usada na determinação de amônio e nitrato);

B = volume (mL) de H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ gasto na titulação;

C = 0,070, decorrente do fato de que cada 1 mL de H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ gasto na titulação equivale à presença de 0,070 mg de N-NH₄⁺ ou N-NO₃⁻;

D = 100, relação entre os 1000 g de solo usados na unidade e os 10 g de solo usados na extração.

Teor de nitrito:

É obtido por diferença entre as duas destilações com liga de Devarda, e especificando neste caso, separadamente, os teores de NH₄⁺, NO₃⁻ e NO₂⁻ (mg kg⁻¹) (SILVA, 2009).

7

ANÁLISE QUÍMICA DE TECIDO VEGETAL





7.1 ANÁLISE QUÍMICA

A análise química de tecido vegetal é um dos métodos utilizados para avaliar o estado nutricional das plantas. Comparando os valores dos elementos nas amostras com um padrão (plantas normais), é possível diagnosticar desequilíbrios nutricionais nas plantas (TRANI; HIROCE; BATAGLIA, 1983; MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997).

Segundo Miyazawa, Pavan e Bloch (1992), os principais objetivos desta análise são:

- a) diagnosticar um problema nutricional não identificado visualmente;
- b) confirmar sintomas visuais identificados no campo;
- c) localizar áreas que apresentam suprimento marginal de nutrientes;
- d) identificar se um determinado nutriente aplicado foi absorvido pela planta;
- e) identificar interações e antagonismos entre nutrientes;
- f) identificar mobilidade, redistribuição, flutuação estacional e o local de armazenamento de um determinado nutriente;
- g) indicar a necessidade de uma análise complementar do solo para identificar a causa específica de um problema nutricional;
- h) juntamente com a análise do solo, auxiliar o programa de recomendação de fertilizantes e corretivos.

7.1.1 Coleta e Preparo da Amostra para Análise

Para a coleta de uma amostra com objetivo de avaliação de estado nutricional de determinada planta, sugere-se seguir os passos determinados por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). Segundo Silva (1999), as folhas verdes recém-coletadas no campo são lavadas rapidamente com água de torneira e enxaguadas com água destilada. Em tecidos vegetais contendo resíduos de pesticidas ou adubos foliares, recomenda-se uma primeira lavagem com HCl 3% (v/v), seguida de água de torneira e água destilada. Folhas secas, murchas ou deterioradas não são recomendadas para análise, porque os elementos químicos podem ser dissolvidos na água de lavagem, causando perdas irreversíveis. Após as lavagens, as folhas são colocadas em sacos de

papel perfurados e postas a secar em estufa com circulação forçada de ar a 60°C até peso constante (+ou- 48 h). Em seguida, são moídas em moinho de aço inoxidável, para evitar a contaminação da amostra com ferro, zinco e cobre, passando a amostra em peneiras de 1 mm de malha ou 20 mesh no caso de moinhos do tipo Willey. Finalmente, acondicionar a amostra moída em frascos de vidro com tampa plástica devidamente identificados (BRASIL, 2004b).

7.1.2 Preparo de Extratos para Análise de Tecido Vegetal

Neste processo, é realizada a retirada de todos os elementos ligados e adsorvidos aos compostos orgânicos (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997). Os métodos mais utilizados para a extração de minerais de uma amostra de tecido vegetal são: digestão seca, digestão úmida (sistema aberto), digestão úmida em forno de micro-ondas (sistema fechado) e solubilização em HCl 1 mol L⁻¹ (SILVA, 2009).

7.1.2.1 Digestão seca

A digestão seca é uma das técnicas mais antigas e simples de análise de tecido vegetal. A matéria orgânica do tecido vegetal é incinerada na mufla elétrica a 450 a 550°C, e o resíduo inorgânico (cinza) é dissolvido na solução de ácido diluído (HCl 1 mol L⁻¹). Pode-se determinar os seguintes elementos nessa solução: Al, B, Ca, Cd, Cl, Cr, Co, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Se, Si e Zn.

7.1.2.1.1 Materiais e reagentes

Para digestão seco do tecido vegetal são utilizados os seguintes materiais e reagentes:

- a) mufla elétrica com controle de temperatura;
- b) cadinho de porcelada de 100 mL;
- c) HNO₃ 1 mol L⁻¹;
- d) NaOH 10% em H₂O (m/v).

decomposição de compostos orgânicos e inorgânicos em seus elementos constituintes empregando ácidos e aquecimento.

7.1.2.3.1 *Materiais e reagentes*

Para digestão úmida do tecido vegetal são utilizados os seguintes materiais e reagentes:

- a) bloco digestor para 40 tubos ou placa aquecedora, ambos, com controle de temperatura;
- b) tubo digestor de 80 mL ou erlenmeyer de 125 mL;
- c) $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1): misturar 600 mL de HNO_3 65% p.a e 200 mL de HClO_4 72% p.a.

7.1.2.3.2 *Procedimento*

Transferir 500 mg de amostra para tubo digestor de 80 mL (ou erlenmeyer de 125 mL). Adicionar 8 mL da mistura ácida, mantendo a frio por período de 3 a 4 h, colocar no bloco digestor (ou placa aquecedora). Aquecer lentamente até 120°C, manter até cessar o desprendimento do vapor castanho de NO_2 , aumentar a temperatura para 200°C e manter até cessar o desprendimento do vapor branco de HClO_4 (3 a 4 h no bloco digestor). Esfriar e completar o volume até 25 mL com H_2O .

É possível determinar Al, Ca, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, P, Pb, S e Zn nesse extrato digerido. Para a determinação de K, é necessária a maior diluição, com vista a prevenir a possível formação do precipitado de KClO_4 . Quando se pretende determinar somente macroelementos (Ca, Mg, K, P e S), recomenda-se diluir em 100 mL com H_2O (TEDESCO et al., 1995; SILVA, 2009).

7.1.2.4 *Digestão $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ (Kjeldahl)*

O método de digestão utilizando ácido sulfúrico é destinada a amostras com concentração de nitrogênio, pois ocorre o deslocamento do nitrogênio, formando um sal amoniacal.

Desvantagens: dificuldade de análise em série; número reduzido de amostras para cada fornada (cerca de 4 a 10 amostras); custo elevado do forno de micro-ondas e do vaso de teflon (SILVA, 2009).



7.1.2.5.1 *Materiais e reagentes*

Para digestão úmida em forno de micro-ondas do tecido vegetal são utilizados os seguintes materiais e reagentes:

- a) forno de micro-ondas com controle de temperatura;
- b) vaso de teflon;
- c) HNO_3 65% p.a.

7.1.2.5.2 *Procedimento*

Transferir 500 mg de amostra para vaso de Teflon de 100 mL, adicionar 5 mL de HNO_3 65% p.a e colocá-lo no cilindro de aço de segurança. Introduzir o vaso no forno de micro-ondas, aquecer a 170°C por 10 min, esfriar e completar o volume até 25 mL com H_2O .

7.1.2.6 *Extração com Solução de HCl 1 mol L^{-1} – sem digestão*

Os elementos químicos do tecido vegetal são solubilizados na solução de HCl 1 mol L^{-1} . A solução de HCl 1 mol L^{-1} é capaz de extrair elementos químicos do tecido vegetal sem oxidação da matéria orgânica. O método é aplicável para a determinação total de B, Ca, Cd, Co, Cu, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb e Zn. É possível determinar também nitrato nesse extrato. A solução de HCl 1 mol L^{-1} pode ser substituída por HNO_3 1 mol L^{-1} , sendo, neste caso, possível a determinação, além dos elementos citados acima, do Cl^- (MIYAZAWA; PAVAN; BLOCH, 1992).

7.1.2.6.1 *Procedimento*

Transferir 400 mg da amostra do material vegetal para frasco de vidro cilíndrico de 50 mL, adicionar 20 mL da solução de HCl 1 mol L^{-1} , levar

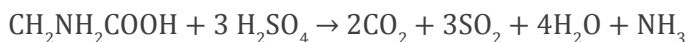
7.2.2 Determinação de N por Arraste de Vapores em Aparelho Semi-Micro-Kjeldahl (TEDESCO et al., 1995)

O nitrogênio no tecido vegetal é encontrado na forma orgânica integrando aminoácidos e proteínas. O nitrogênio orgânico é liberado através da fervura com ácido sulfúrico concentrado sendo hidrolisado com a ajuda de catalisadores.

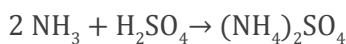
Na digestão sulfúrica, o N da amostra é convertido na forma amoniacal (NH_4^+) na presença de H_2SO_4 mais substâncias que auxiliam na conversão: Sulfato de Potássio (K_2SO_4) ou Sulfato de Sódio (Na_2SO_4); Sulfato de Cobre (CuSO_4) e Selênio (catalisadores).

O produto da digestão [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$] é tratado com excesso de base forte (NaOH 10 mol L^{-1}) e submetido a destilação. A amônia (NH_3) é recolhida em meio ácido e titulada com H_2SO_4 0,025 mol L^{-1} . Este método é conhecido como Kjeldahl e foi desenvolvido em 1883, descrito por Bremner e Mulvaney (1965).

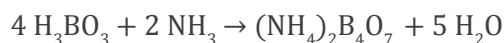
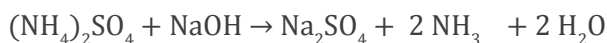
O procedimento do método baseia-se no aquecimento da amostra com ácido sulfúrico para digestão até que o carbono e hidrogênio sejam oxidados. O nitrogênio da proteína é reduzido e transformado em sulfato de amônio.



A amônia gerada na digestão é solúvel no ácido sulfúrico, dado em excesso, por se desconhecer sua quantidade, converte-se em sulfato de amônio:



Posteriormente, o nitrogênio, na forma amoniacal, é destilado na presença de hidróxido de sódio (próxima equação), e a amônia evoluída é novamente recebida em ácido (H_3BO_3), formando o tetraborato de amônio, e este por hidrólise libera hidróxido de amônio (HILDEBRAND; HILDEBRAND; REISSMANN, 1976).



Para aí, sim, ser titulado com ácido sulfúrico para repor o H⁺ consumido para formar NH₄⁺.

A quantidade de ácido consumido na titulação corresponde a igual quantidade de NH₄⁺, ou seja, do N existente na alíquota.



7.2.2.1 Digestão

A digestão é a primeira fase para determinação do nitrogênio.

7.2.2.1.1 Metodologia para preparo dos reagentes para digestão

Ácido sulfúrico p.a. (H₂SO₄).

Peróxido de hidrogênio p.a. (H₂O₂).

Mistura digestora (100 g de Na₂SO₄; 10 g de CuSO₄; 1 g de selênio).

Observação: Para preparar a mistura digestora, colocar primeiro o CuSO₄ em um (gral ou almofariz) e macerar com pistilo até ficar bem fino, em seguida colocar o Na₂SO₄ e macerar novamente. O selênio será colocado por último, devendo todos os componentes formar uma mistura homogênea. Armazenar a mistura em recipiente fechado.

7.2.2.1.2 Materiais e equipamentos

Para digestão utiliza-se o seguinte conjunto:

- a) conjunto de destilador semi-micro-Kjeldahl de 100 mL.

7.2.2.1.3 Procedimento para digestão

Colocar primeiro a amostra de tecido vegetal (0,200 g) nos tubos de ensaio (tubos digestores), em seguida adicionar 1 mL de H₂O₂ e, vagarosamente, 2 mL de H₂SO₄ concentrado na capela com o exaustor ligado. E finalizar adicionando 0,7 g da mistura digestora que deve ser colocada utilizando funil de haste longa a fim de evitar que a mesma fique aderida na parede do tubo (Figura 32). Colocar os tubos digestores no

bloco à temperatura de ± 160 a 180°C por 10 a 15 min (pré-digestão). Após esse período, elevar a temperatura para 350 a 375°C até clarear a amostra (cor amarelo-esverdeada), manter esta temperatura por uma hora. Retirar os frascos do bloco e deixar esfriar (± 20 min), passar para balão de 50 mL e completar o volume com água deionizada. Fazer o mesmo procedimento com 5 provas de branco (sem amostra). Com amostras líquidas, por exemplo dejetos de suínos, pipetar 5 ml em tubo digestor, adicionar 4 mL de H_2SO_4 e 1 g de mistura digestora. Deixar em pré digestão por 30 min. Colocar no bloco digestor e proceder conforme realizado para tecido vegetal.

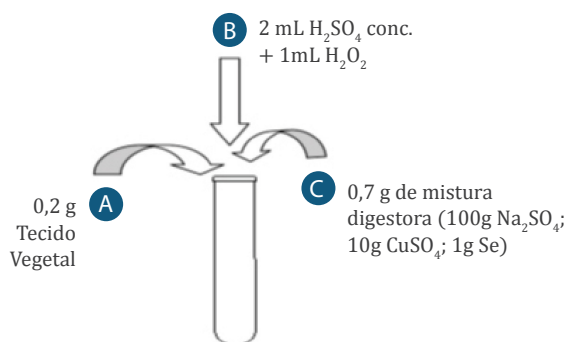


Figura 32 – Passos para realizar a digestão sulfúrica: a) colocar amostra; b) adicionar os ácidos e c) adicionar mistura digestora
 Fonte: Tedesco et al. (1995).

7.2.2.1.4 Cálculo

$$\text{FD (fator de diluição)} = \frac{\text{volume final}}{\text{amostra}} = \frac{50 \text{ mL}}{0,2\text{g}} = 250$$

7.2.2.2 Destilação

A destilação é a segunda fase para determinação do nitrogênio.

7.2.2.2.1 Reagentes para destilação

Solução NaOH 10 mol L⁻¹: dissolver 400 g de NaOH em aproximadamente 40 mL de H_2O destilada, e completar o volume para 1 L com água destilada.

7.2.2.3.3 Cálculo

A determinação do nitrogênio é uma medida de quantidade, e não de concentração, como nos demais elementos. Por isso, não se considera o fator de diluição da digestão no cálculo:

- a) para casos de se utilizar 0,20 g de amostra, destilando-se 10 mL do extrato, após a diluição a 50 mL e titulando-se a H_2SO_4 0,025 mol L^{-1} :

$$N (\%) = \frac{(\text{VH}^+_{\text{amostra}} - \text{VH}^+_{\text{branco}}) * 0,7 * 5 * 5.000}{10.000}$$

Onde:

0,7 = equivalente a mg de N para cada mL de H_2SO_4 0,025 mol L^{-1} gasto (700 μg transformado para mg);

5 = fator de multiplicação na determinação

50 mL do extrato digerido

10 mL da alíquota na destilação

5.000 = resultado expresso em mg kg^{-1} (1.000/0,2g);

10.000 = transformar mg kg^{-1} para %;

Passar para g $\text{kg}^{-1} \rightarrow N (\text{g } \text{kg}^{-1}) = x 10$.

- b) para casos onde não houver diluição após a digestão da amostra e valores de amostra diferentes de 0,2 g:

$$N (\%) = \frac{(\text{VH}^+_{\text{amostra}} - \text{VH}^+_{\text{branco}})}{\text{amostra (g)} * 10.000} * 700$$

c) se o H_2SO_4 utilizado na titulação for exatamente 0,025 mol L^{-1} , cada 1 mL gasto na titulação (subtraído da prova em branco) corresponde a 700 μg N;

d) a sensibilidade do método (0,01 mL de ácido gasto e amostra de 0,5 g) é de 0,001%;

e) expressar o valor em % de N total com três dígitos;

f) para determinação de proteína.

Proteína = $N \times 6,25$ (matéria seca para 105°C) (milho, feijão comum e misturas de alimentos).

Caseína: 6,38; **Arroz:** 5,95; **Soja:** 5,71.

Observação: A determinação do nitrogênio em amostras vegetais também pode ser feita utilizando-se como reagente para titulação o HCl 0,01 mol L⁻¹, conforme descrito na sequência.

7.2.2.3.4 Metodologia para preparo dos reagentes

Solução de NaOH 10 mol L⁻¹:

Solução de H₃BO₃ 2% com mistura de indicadores: dissolver 20 g de H₃BO₃ em 800 mL de água quente, adicionar 15 mL da mistura de solução alcoólica de verde de bromocresol 0,1% e vermelho de metila 0,04% (m/v), corrigir a coloração da solução para vinho com a solução de HCl ou de NaOH.

Solução de HCl 1 mol L⁻¹: transferir 83 mL de HCl 36% p.a e completar o volume até 1000 mL com H₂O.

Solução de HCl 0,01 mol L⁻¹: pipetar 10 mL da solução de HCl 1 mol L⁻¹, completar o volume até 1000 mL com H₂O e fatorar com biftalato de potássio.

7.2.2.3.5 Procedimento para destilação e titulação

Transferir todo o extrato digerido de H₂SO₄ para o destilador Kjeldahl, conectar um béquer de 100 mL com 25 mL de H₃BO₃ 2% na ponta do destilador e adicionar 10 mL de NaOH no digerido. Abrir a torneira do vapor de água e destilar até completar 45 mL de solução. A coloração da solução de H₃BO₃ passa do vinho para o verde. Titular com a solução de HCl 0,01 mol L⁻¹. O ponto final da titulação é a coloração inicial de cor vinho.

7.2.2.3.6 Cálculo

$$\text{N-NH}_4 \text{ (g kg}^{-1}\text{)} = (V_b - V_a) \times 1,4$$

Onde:

V_a = volume de HCl gasto na amostra em branco, em mL;

V_b = volume de HCl gasto na amostra, em mL.

Recomendado para pequeno número de amostras, devido a sua baixa velocidade analítica (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

7.2.2.3.7 Interpretação dos resultados

Na Tabela 36 podem ser observados os níveis de interpretação dos teores de nitrogênio na análise foliar, conforme a cultura indicada.

Tabela 36 – Níveis de interpretação dos teores de nitrogênio na análise foliar considerado adequado para as culturas

Cultura	Níveis de N (g kg ⁻¹)
Soja	45,0 – 55,0
Milho	27,5 – 32,5
Algodão	35,0 – 43,0
Feijão	30,0 – 50,0
Trigo	30,0 – 33,0

Fonte: Malavolta, Vitti e Oliveira (1997) e Silva (1999).

7.3 CARBONO EM PLANTAS E RESÍDUOS ORGÂNICOS

O carbono é o elemento mais abundante no tecido vegetal seco (45 a 55%). Em adubos orgânicos o teor de carbono orgânico varia com a inclusão da matéria mineral (terra, cinzas, adubo mineral, etc.). A combustão seca ou úmida com a determinação de CO₂ formado são os métodos mais exatos para a determinação do carbono total no tecido vegetal ou em resíduos orgânicos. Estes métodos têm o inconveniente de exigir aparelhagem

especial e/ou requerer longo tempo para a análise (NELSON; SOMMERS, 1982). Carbonato e bicarbonato podem interferir, devendo ser eliminados antes da determinação do C orgânico. O método da oxidação do C das amostras por dicromato em meio ácido, com titulação do Cr^{6+} em excesso, é de fácil execução, apresentando boa correlação com os teores determinados pelos métodos de combustão. O método apresentado é Walkley-Black com calor externo, descrito por Allison (1965), sendo introduzidas pequenas modificações com o objetivo de aumentar a quantidade de material a pesar e facilitar a execução das análises (YEOMANS; BREMMER, 1988; YEOMANS; BREMMER, 1991).

7.3.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Solução de sulfato ferroso $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,5 mol L⁻¹: dissolver 139 g em água destilada, contendo 15 mL de H_2SO_4 concentrado, esfriar e diluir para 1 litro. Padronizar frequentemente a solução titulando contra 10 mL de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 mol L⁻¹.

Ou:

Solução de dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 0,25 mol L⁻¹): dissolver 61,30g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (secado a 105°C por duas horas) em 1 litro de água destilada.

Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4): mínimo 95%.

Indicador Ferroin (complexo ortofenantrolina – FeSO_4 0,025 mol L⁻¹): dissolver 1,485 g de ortofenantrolina e 0,695 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ em água e completar o volume para 100 mL **ou Solução de difenilamina 1%**: dissolver 1g de difenilamina em 100 mL de H_2SO_4 concentrado.

7.3.2 Procedimento para Extração

Pesar uma porção do material contendo 10 a 50 mg de C. Colocar em frasco de erlenmeyer de 250 mL e adicionar 15 mL de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 mol L⁻¹. Agitar levemente o frasco e adicionar 30 mL de H_2SO_4 concentrado. Aquecer com cuidado no bico de Bunsen, agitando devagar até atingir 150°C em aproximadamente 1 min. Deixar esfriar.

7.3.3 Procedimento para Determinação

No mesmo erlenmeyer, adicionar 100 mL de H₂O destilada e homogeneizar. Adicionar 3 gotas de indicador ferroín e titular com FeSO₄ 0,5 mol L⁻¹. A cor muda de verde a vermelho, com luz transmitida.

Observação: Pesem 0,500 g para amostras com 5,5 a 11% de C; 0,250 g para amostras com 11 a 22% de C; 0,100 g para amostras de 22 a 55% de C (tecido vegetal).

Amostras de plantas em geral possuem baixo teor de cloreto (<2000 mg kg⁻¹). Em amostras de resíduos com alto teor de cloreto pode-se assumir sulfato mercúrico para reduzir a interferência deste (SILVA, 2009).

7.3.4 Cálculo

$$\%C = \frac{(\text{mmolL}^{-1}\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} - \text{mmolL}^{-1}\text{Fe}^{2+}) \times 0,003 \times 100}{\text{gmaterial}}$$

Onde:

mmol L⁻¹ Cr₂O₇ = 18,75 (se forem utilizados 15 mL de K₂Cr₂O₇ 0,25 mol L⁻¹);

mmol L⁻¹ Fe²⁺ = (mL de FeSO₄ gastos na titulação da amostra) x (mol L⁻¹ FeSO₄).

O número de mol L do FeSO₄ é calculado na titulação da prova em branco:

$$\text{mol L}^{-1} = \frac{18,75}{\text{mL FeSO}_4}$$

Expressar o resultado em % de C (m m⁻¹), com 2 dígitos decimais.



8

ANÁLISE DE MACRO E MICRONUTRIENTES EM TECIDO VEGETAL





8.1 DETERMINAÇÃO DOS PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DOS MACRO E MICRONUTRIENTES EM TECIDO VEGETAL

A digestão nitro-perclórica pode ser utilizada na determinação de P, S, Ca, Mg, K, P e micronutrientes em tecido vegetal (SILVA, 2009). Neste procedimento, é necessário bloco digestor com controlador de temperatura e tubos de digestão.

8.1.1 Reagentes para Digestão

Solução de HNO_3 + HClO_4 (3:1): misturar 600 mL de HNO_3 65% p.a e 200 mL de HClO_4 72% p.a.

8.1.2 Procedimento para Digestão (SILVA, 2009)

Transferir 0,500 mg de amostra para tubo digestor de 80 mL (ou erlenmeyer de 125 mL). Adicionar 8 mL da mistura ácida, mantendo a frio por período de 3 a 4 h, colocar no bloco digestor (ou placa aquecedora) e aquecer lentamente até 120°C, manter até cessar o desprendimento do vapor castanho de NO_2 , aumentar a temperatura para 200°C e manter até cessar o desprendimento do vapor branco de HClO_4 (3 a 4 h no bloco digestor). Esfriar e completar o volume até 25 mL com H_2O . De acordo com Silva (2009):

$$\Rightarrow \text{FD (fator de diluição)} = \frac{\text{volume final}}{\text{amostra}} = \frac{25 \text{ mL}}{0,5 \text{ g}} = 50$$

8.1.3 Procedimento para Digestão (TEDESCO et al., 1995)

Pesar 0,200 g de amostra e transferir para tubos de digestão e adicionar 4 mL de solução nitro-perclórica, deixar em repouso para pré-digestão (12 – 16 h), isso evita que durante o aquecimento ocorra perda do material. Esta pré-digestão pode ser evitada, mas durante o aquecimento há necessidade de cuidados frequentes para que não ocorra perda de

8.2 DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE EM TECIDO VEGETAL

O enxofre possui funções similares ao nitrogênio no metabolismo das plantas, sendo, também, componente das proteínas. Pode ser determinado por turbidimetria ou espectrometria.

8.2.1 Princípio do Método

O enxofre orgânico do tecido vegetal é transformado em SO_4^{-2} na digestão úmida ou na seca. O SO_4^{-2} forma precipitado branco com Ba^{+2} , sendo determinado por turbidimetria ou espectrometria (EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA, 1997).

8.2.2 Método Turbidimétrico ou Espectrométrico UV-VIS

Pela digestão ácida, todo enxofre contido no tecido vegetal é colocado em solução na forma de sulfato que é dosado por turbidimetria. A determinação por turbidimetria do sulfato baseia-se na turbidez formada pela precipitação do enxofre pelo cloreto de bário, na forma de sulfato de bário medida em colorímetro ou espectrofotômetro (TEDESCO et al., 1995).

8.2.2.1 Reagentes

Solução-estoque de SO_4^{-2} 1000 mg L⁻¹: em balão volumétrico de 1000 mL adicionar 5,434 g de K_2SO_4 p.a secado em estufa (105°C por 2 h), dissolver e completar o volume com água destilada e deionizada.

Soluções-padrão de S (0,0, 10,0, 15,0, 20,0, 30,0, 40,0 e 50,0 mg L⁻¹ de SO_4^{-2}): em balões volumétricos de 100 mL acrescentar, respectivamente, 0,0, 1,0, 1,5, 2,0, 3,0, 4,0 e 5,0 mL da solução-estoque de enxofre (1000 mg L⁻¹ de SO_4^{-2}), completando, a seguir, o volume com água deionizada.

Solução de HCl 6,0 mol L⁻¹ contendo enxofre: em balão volumétrico de 1000 mL acrescentar aproximadamente 200 mL de água deionizada, em seguida 500 mL de HCl p.a 36% (d = 1,19 kg L⁻¹) e 20 mL de S- SO_4^{-2} 1000 mg L⁻¹. Completar o volume com água deionizada.

Cristais de cloreto de bário ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pureza 99%): devem ser utilizados obrigatoriamente cristais de cloreto de bário que passem pela peneira de 20 mesh e que fiquem retidos na peneira de 60 mesh (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.2.2.2 Procedimento para determinação da curva padrão

Em tubos de ensaio ou em copo descartável, adicionar 10 mL das soluções-padrão de sulfato (0,0, 10,0, 15,0, 20,0, 30,0, 40,0 e 50,0 mg L^{-1} de S). Em seguida, adicionar 1 mL da solução de HCl 6 mol L^{-1} contendo S e juntar cerca de 0,5 g de cristais de BaCl_2 (peneirado), esperar cerca de um minuto sem agitar (a adição dos cristais pode ser feita utilizando-se um tubinho de vidro previamente calibrado e introduzido diretamente no frasco contendo esse reativo). Agitar durante 30 s, dissolvendo os cristais, e fazer a leitura após 5 min exatos (cronometrados) após a adição do cloreto de bário, em colorímetro ou espectrofotômetro a 420 nm, zerando a absorvância (A) com água o padrão 0,0.

Nesse processo podem ser analisadas até 11 amostras simultaneamente, atingindo um tempo total de cerca de seis minutos, desde a adição do BaCl_2 na prova em branco até a leitura da 11ª amostra, num espectrofotômetro dotado de um sistema em fluxo contínuo.

8.2.2.3 Procedimento para determinação da concentração no extrato vegetal

Tomar uma alíquota de 10,0 mL do extrato nitro-perclórico de cada amostra (digestão) e transferir para tubo de ensaio ou para copo descartável. Em seguida, proceder conforme o descrito para obtenção da curva-padrão (adicionar 1 mL da solução de HCl 6 mol L^{-1} , 0,5 g de cristais de BaCl_2 , agitar durante 30 s e fazer a leitura após 5 min espectrofotômetro a 420 nm).

8.2.2.4 Cálculo

$$S (\text{mg kg}^{-1}) = \text{mg L}^{-1} \times 0,5$$

8.2.2.5 Interpretação dos resultados

A Tabela 37 apresenta os níveis de interpretação do enxofre na análise foliar.

Tabela 37 – Níveis de interpretação do enxofre na análise foliar, considerados adequados para as culturas

Cultura	Níveis ou Classes (g ha ⁻¹)
Soja	2,5 – 3,0
Milho	1,5 – 2,0
Algodão	2,0 – 3,0
Feijão	5,0 – 10,0
Trigo	4,0

Fonte: Malavolta, Vitti e Oliveira (1989) e Silva (1999).

8.3 DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO EM MATERIAL VEGETAL

O fósforo em material vegetal pode ser determinado pelo método espectrométrico com azul de molibdênio.

8.3.1 Princípio do Método

O íon H_2PO_4^- em meio fortemente ácido reage com molibdato (MoO_4^{2-}), formando um complexo de coloração azul, e a intensidade da coloração é proporcional à concentração de P (BRAGA; DEFELIPO, 1974).

8.3.2 Método Espectrofotométrico com Azul de Molibdênio

A determinação de P é realizada a partir do extrato da digestão nitro-perclórica. O ânion H_2PO_4^- em presença do ânion molibdato (MoO_4^{2-}) em meio redutor (ácido ascórbico – AA estanho metálico ou cloreto estanhoso – equação apresentada na sequência), origina um complexo de cor azul, cuja intensidade é proporcional à quantidade de fósforo.



8.3.3 Preparo de Soluções e Reagentes

Solução 725: dissolver 1,0 de subcarbonato de bismuto ($(\text{BiO})_2\text{CO}_3$), transferir para um béquer de 500 mL contendo ± 300 mL de água. Acrescentar lentamente 150 mL de H_2SO_4 98% concentrado. Pesar 20,0 g de molibdato de amônio ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot \text{H}_2\text{O}$) e dissolver em um béquer de 500 mL contendo ± 300 mL de água. Misturar cuidadosamente as duas soluções, esfriar e completar o volume para 1 litro. Guardar em frasco âmbar na geladeira.

Ácido ascórbico p.a cristal.

Solução-padrão de 1000 mg L⁻¹ P: transferir 4,3928 g de KH_2PO_4 p.a. (secado em estufa por 2 h a 70 – 80°C e resfriado em dessecador) em balão de 1000 mL, adicionar 3 mL de H_2SO_4 98% concentrado e completar o volume com H_2O .

Solução-padrão de 100 mg L⁻¹ de P: Transferir 5 mL da solução padrão de 1000 mg L⁻¹ para balão de 50 mL e completar com H_2O deionizada (SILVA, 1999; TEDESCO et al., 1995).

Reagente de trabalho (RT):

Prepara-se no máximo 10 mL por amostra (2 mL de alíquota + 8mL de RT):

2 mL de alíquota do extrato

1,0 mL de 725

0,4 mL de vitamina C

6,6 mL de H_2O

} 8 mL de RT

A Tabela 38 demonstra a forma adequada de preparar o reagente de trabalho para 500 mL.

Tabela 38 – Representação do preparo de reagente de trabalho (RT) para 500 mL

Reagentes	Volume de RT utilizado para a curva		
	6 mL	8 mL	9 mL
Ácido ascórbico (Vit C)	0,67 g	0,50 g	0,44 g
Solução 725	83,3 mL	62,5 mL	56 mL

Fonte: Tedesco et al. (1995).

8.3.4 Curva de Calibração de P

Para a solução de 10 mg L^{-1} de P, pipete 10 mL da solução 100 mg L^{-1} de P e complete com água destilada em balão de 100 mL. Fazer a curva conforme Tabela 39.

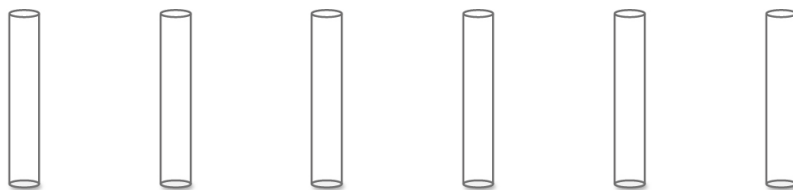
Tabela 39 – Curva de calibração para fósforo

Concentração	Solução 10 mg L^{-1} de P	H ₂ O (mL)	Extrator ($\text{HClO}_4 + \text{HNO}_3$) (mL)	RT (mL)
0,0	0,0	2,0	2,0	6,0
0,4	0,4	1,6	2,0	6,0
0,8	0,8	1,2	2,0	6,0
1,2	1,2	0,8	2,0	6,0
1,6	1,6	0,4	2,0	6,0
2,0	2,0	0,0	2,0	6,0

Fonte: Silva (2009).

8.3.4.1 Sequência para construção da curva

Em seis tubos de ensaio de 10 mL, adicionar respectivamente com o auxílio de buretas ou pipetas (solução de P, extrator, RT e H₂O). Fazer a leitura em leitura de absorbância em espectrofotômetro a 725 nm. Com as concentrações de 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 e 2,0 mg L^{-1} construa a curva colocando as mesmas na abscissa (x) e a leitura do espectrofotômetro nas ordenadas, obtendo assim a equação da curva de calibração.



2,0 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,0 mL de solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

1,6 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,4 mL de solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

1,2 mL de H₂O
2,0 mL extrator
0,8 mL de solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

0,8 mL de H₂O
2,0 mL extrator
1,2 mL de solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

0,4 mL de H₂O
2,0 mL
extrator
1,6 mL de
solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

0,0 mL de H₂O
2,0 mL extrator
2,0 mL de
solução
 10 mg L^{-1} de P
6 mL de RT

8.3.5 Determinação

Retirar uma alíquota de 2 mL de amostra e adicionar 6 mL de RT. Em seguida adicionar 2 mL de água destilada e esperar 30 min. Efetuar a leitura de absorbância em espectrofotômetro a 725 nm.

8.3.6 Cálculo

$$\text{Fator de diluição da digestão: } \frac{50 \text{ mL}}{0,2 \text{ g}} = 250$$

$$\text{Fator de diluição na determinação: } \frac{10 \text{ mL}}{2,0 \text{ mL}} = 5$$

$$\text{Concentração (g kg}^{-1}\text{)} = \frac{\text{Leitura} * 250 * 5}{1.000 \text{ (par transformar r de mg para g)}}$$

Usar a equação para determinar a concentração final.

8.3.7 Interpretação dos Resultados

A Tabela 40 apresenta os níveis de interpretação dos teores de fósforo na análise foliar conforme a cultura indicada.

Tabela 40 – Níveis de interpretação dos teores de fósforo na análise foliar, considerados adequados para as culturas

Cultura	Níveis ou classes (g kg ⁻¹)
Soja	2,5 – 5,0
Milho	2,2 – 3,5
Algodão	1,7 – 3,5
Feijão	2,0 – 3,0
Trigo	2,0 – 3,0

Fonte: Lima et al. (1989).

8.4 DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO EM MATERIAL VEGETAL

O cálcio e o magnésio são macronutrientes catiônicos secundários fundamentais para o desenvolvimento das plantas, pois apresentam função estrutural e enzimática.

8.4.1 Princípio do Método

Os metais das soluções aspiradas na chama na faixa de 2000 a 2500°C transformam-se em estado fundamental dos átomos. O átomo de cada elemento químico absorve a energia em um comprimento de onda definido. A quantidade de energia absorvida é proporcional à população do átomo na chama, que, por sua vez, é proporcional à concentração do analito na solução em análise. A espectrofotometria de absorção atômica é uma das técnicas com menor interferência na análise. Nos casos de Ca e Mg, a presença de fosfato, ferro e alumínio interfere no resultado da análise, devendo ser mascarados por lantânio ou estrôncio (SILVA, 1999).

8.4.2 Método de Espectrofotometria de Absorção Atômica (EAA)

O cálcio e o magnésio em material vegetal podem ser determinados pelo método espectrometria de absorção atômica.

8.4.2.1 Materiais e equipamentos

Para determinação de Ca e Mg utilizando o método de espectrometria de absorção atômica são utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- a) espectrofotômetro de absorção atômica com chama ar-acetileno;
- b) lâmpada de cátodo oco de Ca e Mg.

8.4.2.2 Metodologia para preparo dos reagentes e soluções

Solução padrão de Ca e Mg: a partir da solução titrisol de Ca e Mg 1000 mg L⁻¹, preparar soluções com a mistura de Ca e Mg: 0 e 0; 1,0 e 0,2 mg L⁻¹; 2 e 0,4 mg L⁻¹; 4,0 e 0,8 mg L⁻¹, respectivamente, em solução ácida.

Solução de lantânio 0,1%: transferir 1,14 g de La_2O_3 para frasco de 1000 mL, adicionar solução de HNO_3 10% (v/v) até total dissolução do óxido e completar o volume com H_2O (SILVA, 2009).

8.4.2.3 Procedimento

Pipetar 1,0 mL da solução do extrato de HCl 1,0 mol L^{-1} (ou digestão $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$), para um tubo e completar o volume até 20,0 mL com H_2O (alíquota b). Pipetar 1,0 mL da alíquota b em tubo, adicionar 4,0 mL da solução de lantânio 1% e determinar Ca e Mg por EAA.

8.4.2.4 Cálculo

$$\text{Ca (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 5$$

8.4.2.5 Interpretação dos resultados

A Tabela 41 apresenta os níveis de interpretação dos teores de cálcio e magnésio na análise foliar conforme a cultura indicada.

Tabela 41 – Níveis de interpretação dos teores de cálcio e magnésio na análise foliar considerados adequados para as culturas

Cultura	Níveis ou classes (g kg^{-1})	
	Ca^{2+}	Mg^{2+}
Soja	4,0 – 20,0	3,0 – 10,0
Milho	2,5 – 40,0	2,5 – 4,0
Algodão	30,0 – 40,0	4,0 – 5,0
Feijão	15,0 – 20,0	4,0 – 7,0
Trigo	14,0	4,0

Fonte: Lima et al. (1989).

8.5 DETERMINAÇÃO DE SÓDIO E POTÁSSIO EM MATERIAL VEGETAL

Para determinação de sódio e potássio em material vegetal utiliza-se o método por fotometria de chama.

8.5.1 Princípio do Método

O Na e o K da solução aquosa são aspirados na chama ar – GLP. A quantidade de energia emitida por esses elementos em determinados comprimentos de onda é proporcional à concentração de Na ou K na solução em análise (SILVA, 2009).

8.5.2 Equipamento

Para determinação de Na e K é utilizado o equipamento:

a) fotômetro de chama.

8.5.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de K 1000 mg L⁻¹: dissolver 1,9067 g de KCl p.a em 500 mL de água e completar o volume até 1000 mL de H₂O.

Solução de Na 1000 mg L⁻¹: dissolver 2,5421 g de NaCl p.a em 500 mL de água e completar o volume até 1000 mL de H₂O.

Solução padrão de Na: a partir da solução de Na 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 5,0; 10,0; 20,0 e 40,0 mg L⁻¹ de NaCl em HCl 1,0 mol L⁻¹ ou HNO₃ 1,0 mol L⁻¹, conforme a solução extratora.

Solução padrão de K: a partir da solução de K 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 5,0; 10,0; 20,0 e 40,0 mg L⁻¹ de K em HCl 1,0 mol L⁻¹ ou HNO₃ 1,0 mol L⁻¹, conforme a solução extratora.

8.5.4 Procedimento para Determinação de Potássio

Pipetar 2 mL da solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄), em tubo de 30 mL e completar o volume até 20 mL com H₂O (alíquota b). Ajustar o fotômetro de chama com a solução padrão de K e efetuar a leitura da alíquota b (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.5.4.1 Cálculo para potássio

$$K \text{ (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 0,5$$

8.5.5 Rocedimento para Determinação de Sódio

Ajustar o fotômetro de chama com a solução padrão de Na e efetuar a leitura na solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄).

8.5.5.1 Cálculo para sódio

$$\text{Na (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 50$$

8.5.6 Interpretação dos Resultados

A Tabela 42 apresenta os níveis de interpretação para potássio na análise foliar conforme a cultura indicada.

Tabela 42 – Níveis de interpretação dos teores de potássio na análise foliar, considerados adequados para as culturas

Cultura	Níveis ou classes (g kg ⁻¹)
Soja	17,0 – 25,0
Milho	17,5 – 22,5
Algodão	14,0 – 16,0
Feijão	20,0 – 25,0
Trigo	23,0 – 25,0

Fonte: Malavolta, Vitti e Oliveira (1989).

8.6 DETERMINAÇÃO DE COBRE EM MATERIAL VEGETAL

8.6.1 Princípio do Método

A energia absorvida a 324,7 nm é proporcional à concentração de Cu da solução aspirada na chama-acetileno (SILVA, 2009).

8.6.2 Equipamento

Para determinação de Cu é utilizado o equipamento com os componentes:

- EAA com lâmpada de cátodo oco de Cu.

8.6.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de Cu 1000 mg L⁻¹: transferir 3,927 g de CuSO₄.5H₂O p.a para frasco de 1000 mL, adicionar 50 mL de H₂SO₄ 98% e completar com água e completar o volume com H₂O.

Solução padrão de Cu: a partir da solução de Cu 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 0,2; 0,5; de 1,0 mg L⁻¹ de Cu em H₂O.

8.6.3.1 Procedimento para determinação de cobre

Ajustar o EAA conforme manual do equipamento, efetuar a leitura da solução padrão e da solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄).

8.6.3.2 Cálculo para cobre

$$\text{Cu (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 50 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.7 DETERMINAÇÃO DE ZINCO EM MATERIAL VEGETAL

Para determinação de zinco em material vegetal utiliza-se a espectrometria de absorção atômica.

8.7.1 Princípio do Método

Há absorção de radiação por átomos de zinco, a partir da solução em análise, pelo uso de uma chama ar comprimido – acetileno em 213,9 nm. A absorção de radiação é linear até 2 mg L⁻¹ de Zn da solução (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.7.2 Equipamento

Para determinação de Zn é utilizado o equipamento com os componentes:

- espectrômetro de absorção atômica com chama ar-acetileno;
- lâmpada de cátodo oco de Zn.

8.7.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de Zn 1000 mg L⁻¹: transferir 1,000 g de arame de zinco metálico para frasco de 1000 mL, adicionar 20 mL de HCl 1:1 e completar o volume com H₂O.

Solução padrão de Zn: a partir da solução de Zn 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 0,5; 1,0; 2,0 mg L⁻¹ em meio ácido.

8.7.4 Procedimento para Determinação do Zinco

Ajustar o EAA conforme manual do equipamento, efetuar a leitura da solução padrão e da solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄).

8.7.5 Cálculo para Zinco

$$\text{Zn (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 50 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.8 DETERMINAÇÃO DE FERRO EM MATERIAL VEGETAL

Para determinação de ferro em material vegetal utiliza-se a espectrometria de absorção atômica.

8.8.1 Princípio do Método

O Fe no estado fundamental absorve a energia na região de 248,3 nm, a qual é proporcional até 8 mg L⁻¹. A mistura de gás utilizado para a determinação de Fe é ar-acetileno (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.8.2 Equipamentos

Para determinação de Fe é utilizado o equipamento com os componentes:

- espectrômetro de absorção atômica;
- lâmpada de cátodo oco de Fe.

8.8.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Solução de Fe 1000 mg L⁻¹: transferir 7,016 g de (NH₄)₂FeSO₄·H₂O p.a para frasco de 1000 mL, adicionar 50 mL de H₂SO₄ 98% e completar o volume com H₂O.

Solução padrão de Fe: a partir da solução de Fe 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 2; 4,0; 6,0 e 8,0 mg L⁻¹ em meio ácido.

8.8.4 Procedimento para Determinação de Ferro

Ajustar o EAA conforme manual do equipamento, efetuar a leitura da solução padrão e da solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄).

8.8.5 Cálculo para Ferro

$$\text{Fe (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 50 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.9 DETERMINAÇÃO DE MANGANÊS EM MATERIAL VEGETAL

Para determinação de manganês em material vegetal é utilizado o método por espectrometria de absorção atômica.

8.9.1 Princípio do Método

A forma atômica de Mn na chama de ar-acetileno absorve luz na região de 279,5 nm. A energia absorvida é proporcional até 3 mg L⁻¹ da solução aspirada na chama.

8.9.2 Equipamentos

Para determinação de Mn é utilizado o equipamento com os componentes:

- espectrômetro de absorção atômica com chama ar-acetileno;
- lâmpada de cátodo oco de Mn.

8.9.3 Metodologia para Preparo dos Reagentes e Soluções

Solução de Mn 1000 mg L⁻¹: transferir 3,1295 g de MnSO₄·H₂O p.a para frasco de 1000 mL, adicionar 10 mL de H₂SO₄ 98% e completar o volume com H₂O.

Solução padrão de Mn: a partir da solução de Mn 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 0,5; 1,0; 3,0 mg L⁻¹ em meio ácido.

8.9.4 Procedimento para Determinação de Manganês

Ajustar o EAA conforme manual do equipamento, efetuar a leitura da solução padrão e da solução do extrato de HCl 1,0 mol L⁻¹ (ou digestão HNO₃ + HClO₄).

8.9.5 Cálculo para Manganês

$$\text{Mn (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{mg L}^{-1} \times 50 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.10 DETERMINAÇÃO DE MOLIBDÊNIO EM MATERIAL VEGETAL

O molibdênio é fundamental para a síntese e funcionamento da redutase (enzima que reduz o nitrato na planta) e também é requerido para fixação do nitrogênio pelas bactérias nas raízes de algumas plantas.

8.10.1 Princípio do Método

Solubilização processa-se por via seca. O molibdênio é complexado com o tiocianato de amônio em meio ácido. O complexo é solúvel em metil iso-butil cetona. A determinação é realizada por espectrofotometria de absorção atômica em chama de N₂O-acetileno (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.10.2 Espectrometria de Absorção Atômica

A determinação de molibdênio pode ser feita por espectrometria de absorção atômica.

8.10.3 Equipamentos

Para determinação de Mo são utilizados equipamentos com os componentes:

- a) espectrômetro de absorção atômica;
- b) lâmpada de cátodo oco de Mo;
- c) queimador de óxido nitroso-acetileno;
- d) mufla;
- e) banho-maria.

8.10.4 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Reagentes p.a: HCl; tiocianato de amônio; cloreto estanhoso; metil-iso butil cetona p.a; molibdato de sódio ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a); NaOH.

Solução de HCl 6 mol L⁻¹: pesar 560 mL de HCl concentrado e dissolver em 1000 mL de água ultra pura.

Solução de HCl 1,0 mol L⁻¹: dissolver 86 mL de HCl concentrado em 1000 mL de água ultra pura.

Solução aquosa de tiocianato de amônio a 50 g L⁻¹: dissolver 25,0 g do sal em 500 mL de água ultra pura.

Solução de cloreto estanhoso a 100 mg L⁻¹: dissolver 10 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ com 20 mL de solução de HCl 6 mol L⁻¹ por aquecimento; adicionar, após esfriamento, 100 mL de água ultra pura; filtrar, se ficar turvo. Deve ser preparado diariamente.

Solução estoque de molibdênio (contendo 100 mg L⁻¹ de Mo): dissolver 242 mg de molibdato de sódio ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a) em um pequeno excesso de NaOH 1 mol L⁻¹; diluir a cerca de 450 mL com água ultra pura; acidular ligeiramente com HCl 1,0 mol L⁻¹; diluir a 500 mL.

Solução estoque diluída de molibdênio (contendo 0,5 mg L⁻¹ de Mo): diluir 5,0 mL da solução estoque (100 mg L⁻¹ de Mo) a 1000 mL com água ultra pura (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.10.5 Curva Analítica

Transferir para funis de separação de 125 mL, 1, 3, e 5 mL da solução contendo $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ de Mo (0,5; 1,5 e 2,5 mg de Mo). Em seguida adicionar 10 mL da solução de HCl 6 mol L^{-1} e água ultra pura até aproximadamente 45 mL e também adicionar 3 mL de solução de tiocianato de amônio a 50 mg L^{-1} . Realizar a leitura, em filtro verde, em comprimento de onda de 470 nm, acertando o zero com água deionizada.

8.10.6 Procedimentos para Determinação do Molibdênio

Adicionar 3 mL de solução de tiocianato de amônio a 50 g L^{-1} e 1 mL de solução de cloreto estânico a 100 g L^{-1} , homogeneizando após a adição de cada reagente. Extrair o complexo por agitação durante 1 min, com 5 mL de metil iso-butil cetona. Separar a fase orgânica. Proceder à leitura no espectrofotômetro em escala expandida dez vezes, usando o solvente para acertar a leitura zero. Usar chama de óxido nitroso-acetileno.

8.10.7 Cálculo

$$\text{Mo (mg kg}^{-1}\text{)} = \text{Leitura mg L}^{-1} \times 0,20 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.11 DETERMINAÇÃO DE BORO EM MATERIAL VEGETAL

O boro reage com azometina-H e forma um complexo amarelo que absorve a luz na região de 460 nm (TEDESCO et al., 1995).

8.11.1 Metodologia para Preparo dos Reagentes

Solução tampão acetato: dissolver 250 g de NH_4OAc e 15 g de Na_2EDTA em 400 mL de H_2O , adicionar 125 mL de HOAc glacial e completar o volume até 1000 mL com H_2O .

Solução de azometina-H: dissolver 1,0 g de ácido ascórbico em 80 mL de água, adicionar 0,45 g de azometina-H e completar o volume até 100 mL com H_2O .

Solução de Boro 1000 mg L⁻¹: dissolver 5,7178 g de ácido bórico p.a (reagente grau analítico) em água deionizada e completar o volume para 1 L.

Solução padrão de Boro: A partir da solução de 1000 mg L⁻¹, preparar soluções de: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 e 8 mg L⁻¹ de boro (SILVA, 1999; SILVA, 2009).

8.11.2 Procedimento para Determinação da Curva Padrão ou da Solução Padrão de Boro

Em balões volumétricos de 100 mL acrescentar 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 e 0,8 mL da solução de B 1000 mg L⁻¹ e completar o volume com água destilada. Esses padrões conterão 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 e 8 mg L⁻¹ de boro. Em seguida pipetar 1,0 mL das concentrações para tubo de 30 mL e adicionar 2,0 mL da solução tampão de 2,0 mL da solução de azometina-H e homogeneizar. Após 30 min, efetuar a leitura no espectrômetro a 460 nm. Em seguida, proceder conforme o descrito para obtenção da curva padrão de calibração.

8.11.3 Procedimento para Determinação da Concentração no Extrato Vegetal

Tomar uma alíquota de 1,0 mL do extrato nitro-perclórico de cada amostra (digestão) e transferir para tubo de ensaio ou para copo descartável de 30 mL. Adicionar 2,0 mL da solução tampão de 2,0 mL da solução de azometina-H e homogeneizar. Após 30 min, efetuar a leitura no espectrofotômetro a 460 nm.

8.11.4 Cálculo

$$B \text{ mg kg}^{-1} = \text{mg L}^{-1} \times 50 \text{ (SILVA, 1999; SILVA, 2009)}$$

8.11.5 Interpretação dos Resultados

A Tabela 43 apresenta os níveis de interpretação da análise foliar, para cobre, zinco, ferro, manganês, molibdênio e boro, considerados adequados para determinadas culturas.

Tabela 43 – Níveis de interpretação da análise foliar, considerados adequados para as culturas

Cultura	Níveis dos micronutrientes (mg kg ⁻¹)					
	Cu	Zn	Fe	Mn	Mo	B
Soja	10 – 30	20 – 50	50 – 350	20 – 100	1,0 – 5,0	20 – 55
Milho	6 – 20	20 – 50	50 – 250	50 – 150	0,15 – 0,20	15 – 20
Algodão	8 – 40	10 – 30	60 – 80	15 – 40	1,0 – 2,0	20 – 50
Feijão	8 – 20	30 – 100	100 – 450	30 – 300		20 – 60
Trigo	9 – 18	20 – 40		16 – 28	1,0 – 5,0	20

Fonte: Malavolta, Vitti e Oliveira (1989) e Silva (1999).

A Tabela 44 apresenta os teores de macro e micronutrientes adequados para a cultura do milho.

Tabela 44 – Teores em folhas de milho considerados adequados

Nutriente	Deficiente	Baixo	Adequado	Alto	Toxicidade
N (g kg ⁻¹)	<20,0	20 – 25	20 – 35	>35	
P (g kg ⁻¹)	<1,0	1,0 – 2,0	2,0 – 5,0	5,0 – 8,0	>8,0
K (g kg ⁻¹)	<10,0	10 – 15	15 – 30	30 – 55	>55,0
Ca (g kg ⁻¹)	<1,0	1,0 – 2,0	2,0 – 10,0	>10,0	
Mg (g kg ⁻¹)	<1,0	1,0 – 2,0	2,0 – 10,0	>10,0	
Mn (mg kg ⁻¹)	<10	10 – 20	20 – 300	200 – 350	>350
Fe (mg kg ⁻¹)	<10	10	10 – 300	300 – 550	
B (mg kg ⁻¹)	<2	3 – 5	6 – 40	40 – 55	>55
Cu (mg kg ⁻¹)	<2	3 – 5	6 – 50	50 – 70	>70
Zn (mg kg ⁻¹)	<15	15 – 20	20 – 70	70 – 150	>150

Fonte: Mengel e Kirkby (1987).

REFERÊNCIAS





ABREU, C. A. et al. The effects of the DTPA extraction conditions on the determination of micronutrients in brazilian soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 28, n. 1-2, p. 1-11, 1997. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00103629709369767>>. Acesso em: 16 dez. 2016.

ABREU, M. F.; ANDRADE, J. C.; FALCÃO, A. A. Protocolos de análises químicas. In: ANDRADE, J. C.; ABREU, M. F. (Ed.). **Análise química de resíduos sólidos para monitoramento e estudos agroambientais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2006. p. 121-128.

AGROLAB. **Método para a coleta de amostras de solo e/ou raízes para análise de nematoides**. 2010. Disponível em: <http://www.agrolab.agr.br/documentos/coleta_de_amostras.html>. Acesso em: 19 jan. 2016.

ALCARDE, J. C. **Corretivos da acidez dos solos**: características e interpretações técnicas. São Paulo: ANDA, 2005. Boletim Técnico nº 6. Disponível em: <http://www.agrolink.com.br/downloads/corretivos_da_acidez_dos_solos.pdf>. Acesso em: 08 dez. 2016.

ALCARDE, J. C. **Metodologia de análise de fertilizantes e corretivos**. Piracicaba: Planalsucar, 1979.

ALCARDE, J. C.; GUIDOLIN, J. A.; LOPES, A. S. **Os adubos e a eficiência das adubações**. São Paulo: Nagy, 1998. Boletim Técnico nº 3. Disponível em: <http://www.anda.org.br/multimedia/boletim_03.pdf>. Acesso em: 01 dez. 2016.

ALCARDE, J. C.; RODELLA, A. A. Avaliação química de corretivos de acidez para fins agrícolas: uma nova proposição. **Scientia Agrícola**, Piracicaba, v. 53, n. 2-3, p. 211-216, maio/dez. 1996. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0103-90161996000200003>. Acesso em: 08 dez. 2016.

ALLISON, L. E. Organic carbon. In: BLACK, C. A. et al. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: ASA, 1965.

ALVAREZ, V. H. et al. Interpretação dos resultados das análises de solos. In: RIBEIRO, A. C.; GUIMARÃES, P. T. G.; ALVAREZ V. V. H. (Ed.). **Recomendação para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais**: 5ª aproximação. Viçosa: Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais, 1999. p. 29-35. Disponível em: <<http://www.dpv24.iciag.ufu.br/new/dpv24/Apostilas/5%20-%20Aproximacao%20Revisada.pdf>>. Acesso em: 09 maio 2017.

ALVAREZ, V. H. **Métodos de análises de enxofre em solos e plantas**. Viçosa: UFV, 2001.

ALVAREZ, V. V. H. et al. Determinação e uso do fósforo remanescente. **Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 25, p. 27-33, 2000.

ALVES, B. J. R. et al. Métodos de determinação do nitrogênio em solo e planta. In: HUNGRIA, M.; ARAÚJO, R. S. (Ed.). **Manual de métodos empregados em estudos de microbiologia agrícola**. Brasília: EMBRAPA-SPI, 1994. p. 449-469.

ANDERSON, J. P. E.; DOMSCH, K. H. A physiological method for the quantitative measurement of microbial biomass in soils. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 10, n. 3, p. 215-221, 1978. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071778900998>>. Acesso em: 14 dez. 2016.

ANDERSON, T. H.; DOMSCH, K. H. The metabolic quotient for CO₂ (qCO₂) as a specific activity parameter to assess the effects of environmental conditions, such as pH, on the microbial biomass of forest soils. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 25, n. 3, p. 393-395, mar. 1993. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071793901407>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

ANDRÉA, M. M.; HOLLWEG, M. J. M. Comparação de métodos para determinação da biomassa microbiana em dois solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, n. 6, p. 981-986, nov./dez. 2004. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S0100-06832004000600006&lng=pt&nrm=iso>. Acesso em: 14 dez. 2016.

ARANTES, J. T. **Estudo esclarece o processo de evolução do genoma da cana-de-açúcar**. 2017. Disponível em: <http://agencia.fapesp.br/estudo_esclarece_o_processo_de_evolucao_do_genoma_da_canadeacucar/25444/>. Acesso em: 04 dez. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA PARA PESQUISA DA POTASSA E DO FOSFATO. **Manual internacional de fertilidade do solo**. 2. ed. rev. e ampl. Piracicaba: Potafos, 1998. Disponível em: <[http://brasil.ipni.net/ipniweb/region/brasil.nsf/0/40A703B979D0330383257FA80066C007/\\$FILE/Manual%20Internacional%20de%20Fertilidade%20do%20Solo.pdf](http://brasil.ipni.net/ipniweb/region/brasil.nsf/0/40A703B979D0330383257FA80066C007/$FILE/Manual%20Internacional%20de%20Fertilidade%20do%20Solo.pdf)>. Acesso em: 29 maio 2017.

BELLINGIERI, P. A.; ALCARDE, J. C.; SOUZA, E. C. A. Eficiência relativa de diferentes frações granulométricas de calcários na neutralização da acidez dos solos, avaliada em laboratório. **Anais da Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz**, Piracicaba, v. 46, n. 2, p.303-317, 1989. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0071-12761989000200003&script=sci_abstract&tlng=pt>. Acesso em: 25 nov. 2017.

BOHNEN, H. Acidez do solo: origem e correção. In: KAMINSKI, J. (Coord.). **Uso de corretivos da acidez do solo no plantio direto**. Pelotas: Núcleo Regional Sul, 2000. p. 9-19.

BRAGA, J. M.; DEFELIPO, B. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solos e plantas. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 21, n. 113, p. 73-85, 1974.

BRASIL. Instrução Normativa nº 10, de 28 de outubro de 2004. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 04 nov. 2004a. Seção 1, p. 3-11. Disponível em: <<https://www.diariodasleis.com.br/busca/exibelinck.php?numlink=1-100-23-2004-10-28-10>>. Acesso em: 20 dez. 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Amostragem de plantas para análise química**. Belém: EMBRAPA, 2004b. Disponível em: <<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/49377/1/fd170001.pdf>>. Acesso em: 05 dez. 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Amostragem e análise de solo: calagem, adubação, semente**. Brasília: MAPA/SARC, 2002.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº35**, de 4 de julho de 2006. Disponível em: <http://www.agrolab.com.br/visao/documentos/IN%2035_2006.pdf>. Acesso em: 13 dez. 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Uso sustentável do solo: plante com tecnologia**. Brasília: MAPA/ACS, 2009. Disponível em: <<http://docslide.com.br/documents/cartilha-solo.html>>. Acesso em: 02 dez. 2016.

BREMNER, J. M. Total nitrogen. In: BLACK, C. A. et al. (Ed.). **Methods of soil analysis: chemical and microbiological properties**. Madison: American Society of Agronomy, Soil Science Society of America, 1965. p. 1149-1178.

BREMNER, J. M.; EDWARDS, A. P. Determination and isotope-ratation analysis of different forms of nitrogen in soil: I. Apparatus and procedure for destillation and determination of Ammonium. **Soil Science Society of America**, Madison, v. 29, n. 5, p. 504-507, 1965. Disponível em: <<https://dl.sciencesocieties.org/publications/sssaj/abstracts/29/5/SS0290050504>>. Acesso em: 16 dez. 2016.

BREMNER, J. M.; MULVANEY, C. S. Nitrogen-total. In: PAGE, A. L. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: American Society of Agronomy, 1982. p. 595-624.

BREMNER, J. M.; MULVANEY, C. S. Nitrogen-total: determination of nitrogen in soil by Kjeldahl method. **Journal Agricultural Science**, Madison, v. 55, p. 11-33, 1965.

BREMNER, J. M.; SHAW, K. Denitrification in soil. I: methods of investigation. **The Journal of Agricultural Science**, Cambridge, v. 51, n. 1, p. 22-39, aug. 1958. Disponível em: <<https://www.cambridge.org/core/journals/journal-of-agricultural-science/article/div-classtitledenitrification-in-soil-i-methods-of-investigationdiv/DDFA8CC08A1CCFF3D27CA4831083E40E>>. Acesso em: 16 dez. 2016.

BROOKES, P. C. et al. Chloroform fumigation and the release of soil nitrogen: a rapid direct extraction method to measure microbial biomass nitrogen in soil. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 17, n. 6, p. 837-842, 1985. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071785901440>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

BROOKES, P. C.; POWLSON, D. S.; JENKINSON, D. S. Measurement of microbial biomass phosphorus in soil. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 14, n. 4, p. 319-329, 1982. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071782900013>>. Acesso em: 14 dez. 2016.

CAIRES, E. F.; BANZATTO, D. A.; FONSECA, A. F. Calagem na superfície em sistema plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, n. 1, jan./mar. 2000. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-06832000000100018&lng=en&nrm=is o&tlng=pt>. Acesso em: 02 dez. 2016.

CAMARGO, O. A. et al. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agrônomo de Campinas**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2009. Disponível em: <http://www.iac.br/publicacoes/publicacoes_online/pdf/BT_106.pdf>. Acesso em: 08 dez. 2016.

CAMARGO, O. A.; VALADARES, J. M. A. S. Comportamento do manganês em oxisol influenciado pela aplicação de carbonato de cálcio e sacarose. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 4, n. 2, p. 71-75, maio/ago. 1980.

CAMPOS, R. C.; SILVA, R. C. Funções da química inorgânica, funcionam? **Química Nova na Escola**, n. 9, maio 1999. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc09/conceito.pdf>>. Acesso em: 04 dez. 2017.

CANTARELLA, H.; DECHEN, A. R.; RAIJ, B. V. Influência da origem do cloreto de potássio utilizado em extrações de amostras de solos, nos resultados de alumínio trocável. **Bragantia**, Campinas, v. 40, n. 3, p. 189-192, abr. 1981. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/brag/v40n1/19.pdf>>. Acesso em: 08 dez. 2016.

CARDOSO, E. J. B. N.; TSAI, S. M.; NEVES, M. C. P. (Coord.). **Microbiologia do solo**. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1992.

CARDOSO, E. L.; FERNANDES, A. H. B. M.; FERNANDES, F. A. **Análise de solos: finalidade e procedimentos de amostragem**. Corumbá: Embrapa, 2009. Comunicado Técnico 79. Disponível em: <<http://www.cpap.embrapa.br/publicacoes/online/COT79.pdf>>. Acesso em: 02 dez. 2016.

CASTRO, C. Terceira ou quarta folhas de soja, que podem ser colhidas para a análise de tecido, na fase de desenvolvimento R1. In: CASTRO, C. et al. **Análise foliar**. Disponível em: <http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/soja/arvore/CONTAG01_40_271020069132.html>. Acesso em: 04 dez. 2017.

CATTELAN, A. J.; VIDOR, C. Flutuações na biomassa, atividade e população microbiana do solo, em função de variações ambientais. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 14, n. 2, p. 133-142, 1990.

CHERNOV, V. A. **The nature of soil acidity**. Madison: Soil Science Society of America, 1947.

CIÊNCIA DO SOLO. **Instruções para coleta e remessa de amostras (serviço não oferecido pelo departamento)**: amostragem de solos. Disponível em: <<http://www.esalq.usp.br/departamentos/lso/coleta.htm>>. Acesso em: 04 dez. 2017.

COELHO, A. M. Eficiência de calcários de diferentes granulometrias na correção da acidez do solo. **Comunicado Técnico 100**. Sete Lagoas: Embrapa, 2004. Disponível em: <<https://docsagencia.cnptia.embrapa.br/milho/Comunicado100.pdf>>. Acesso em: 08 dez. 2016.

COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS. **Recomendação para uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais: 4ª aproximação**. Lavras: CFSEMG, 1989.

COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO RIO GRANDE DO SUL E SANTA CATARINA. **Recomendação de adubação e de calagem para os Estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina**. 3. ed. Passo Fundo: SBCS-NRS, 2004.

COSTA, J. M.; OLIVEIRA, E. F. **Fertilidade do solo e nutrição de plantas**. Campo Mourão: Coamo/Coodetec, 2001.

COULTER, B. S. The chemistry of hydrogen and aluminum in soils, clay minerals and resins. **Soil and Fertilizers**, v. 32, p. 215-223, 1969.

CRUZ, F. A. B.; SILVA, A. C. Influência de diferentes ferramentas na coleta de amostras de terra, em área de floresta, nos resultados de análises químicas de rotina. **Revista Universitária de Alfenas**, Alfenas, v. 4, n. 1, p. 127-130, 1998. Disponível em: <http://www.unifenas.br/pesquisa/download/ArtigosRev2_98/pag127-130.pdf>. Acesso em: 05 dez. 2016.

DIAS JUNIOR, V. **Crescimento do café**. 2012. Disponível em: <https://www.cafepoint.com.br/mypoint/121088/f_crescimento_do_cafe_crescimento_folha_cafe_17814.aspx> Acesso em: 04 dez. 2017.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 1997.

FILIZOLA, H. F.; GOMES, M. A. F.; SOUZA, M. D. **Manual de procedimentos de amostras em áreas agrícolas para análise de qualidade ambiental: água, solo e sedimentos**. Jaguariúna: EMBRAPA, 2006.

FUNDAÇÃO MT. **Pesquisador orienta produtor sobre manejo de nematóides**. 2011. Disponível em: <<http://www.fundacaomt.com.br/noticia/pesquisador-orienta-produtor-sobre-manejo-de-nematoides1>>. Acesso em: 05 dez. 2016.

FURTINI NETO, A. E. **Fertilidade do solo**. 2001. 252 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Especialização em Solos e Meio Ambiente) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2001.

GIANELLO, C.; BISSANI, C. A.; TEDESCO, M. J. **Princípios de fertilidade de solo**. Porto Alegre: UFRGS, 1995.

GRISI, B. M. Metodologia da determinação de biomassa microbiana de solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 8, n. 2, p. 167-172, 1984.

GRISI, B. M.; GRAY, T. R. G. Biomassa microbiana de solo estimada de biovolume com o uso da microscopia de fluorescência. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 9, n. 2, p. 131-138, 1985.

GUTERRES, J. F. **Disponibilidade de boro para as plantas em solos do Rio Grande do Sul**. 1986. 145 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Federal do Rio Grande de Sul, Porto Alegre, 1986. Disponível em: <<http://www.ufrgs.br/agronomia/materiais/JairoFragaGutterres1986.pdf>>. Acesso em: 16 dez. 2016.

HILDEBRAND, C.; HILDEBRAND, E. E.; REISSMANN, C. B. **Manual de análise química do solo e foliar para técnicos de laboratório**. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, 1976.

INSTITUTO AGRONÔMICO DO PARANÁ (IAPAR). **Amostragem de solo para análise química**: plantio direto e convencional, culturas perenes, várzeas, pastagens e capineiras. Londrina: IAPAR, 1996. Disponível em: <http://www.iapar.br/arquivos/File/zip_pdf/CT90.pdf>. Acesso em: 05 dez. 2016.

JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis**: advanced course. Madison: University of Wisconsin, 2005.

JENKINSON, D. S.; LADD, J. N. Microbial biomass in soil: measurement and turnover. In: PAUL, E. A.; LADD, J. N. (Ed.). **Soil Biochemistry**. New York: Marcel Dekker, 1981. p. 415-471.

JENKINSON, D. S.; POWLSON, D. S. The effects of biocidal treatments on metabolism in soil-V: a method for measuring soil biomass. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 8, n. 3, p. 209-213, 1976. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071776900055>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

KJELDAHL, J. A new method for the determination of nitrogen in organic matter. **Zeitschrift fur Analytische Chemie**, Copenhagen, v. 22, p. 366-382, 1883.

LABORSOLO. **Laboratórios**. Disponível em: <<http://www.laborsolo.com.br>>. Acesso em: 07 de jun. 2015.

LADD, J. N.; AMATO, M.; OADES, J. M. Decomposition of plant material in Australian soils. III. Residual organic and microbial biomass C and N from isotope-labeled legume material and soil organic matter, decomposing under field conditions. **Australian Journal of Soil Research**, Collingwood, v. 23, n. 4, p. 603-611, 1985.

LANA, M. C. et al. **Análise química de solo e tecido vegetal**: práticas de laboratório. Cascavel: EDUNIOESTE, 2010.

LIMA, E. et al. Recomendações de adubação e calagem para as principais culturas do Estado do Paraná. In: PARANÁ. Secretaria da Agricultura e do Abastecimento. **Manual técnico do sub-programa de manejo e conservação do solo**. Curitiba: Secretaria da Agricultura e do Abastecimento, 1989. p. 85-104.

MALAVOLTA, E. et al. Seja o doutor dos seus citros. **Potafos**, Piracicaba, n. 65, mar. 1994. Disponível em: <[http://brasil.ipni.net/ipniweb/region/brasil.nsf/0/C4B28BA45CDA0CE483257AA0003AF04D/\\$FILE/Seja%20Citros.pdf](http://brasil.ipni.net/ipniweb/region/brasil.nsf/0/C4B28BA45CDA0CE483257AA0003AF04D/$FILE/Seja%20Citros.pdf)>. Acesso em: 05 dez. 2016.

MALAVOLTA, E. **Manual de química agrícola**: adubos e adubação. Minas Gerais: Ceres, 1981.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas**: princípios e aplicações. Piracicaba: Potafos, 1997.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas**. Piracicaba: Potafos, 1989.

MARCHIORO, V. **Desenvolvimento da cultura do trigo**. Disponível em: <<http://www.marchioro.eng.br/plantadetrigo.htm>>. Acesso em: 25 nov. 2017.

MEHLICH, A. New extractant for soil test evaluation of phosphorus, potassium, magnesium, calcium, sodium, manganese and zinc. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 9, n. 6, p. 477-492, 1978. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00103627809366824>>. Acesso em: 16 dez. 2016.

MENDONÇA, R. M. Amostragem de solo para recomendação de calagem e adubação. **Rehagro**, Belo Horizonte, dez. 2010. Disponível em: <<http://www.rehagro.com.br/plus/modulos/noticias/ler.php?cdnoticia=2109>>. Acesso em: 14 jan. 2016.

MENEGHETTI, A. M. **Aspectos ambientais e agronômicos da cultura do minimilho sob aplicação de água residuária de suinocultura tratada após lagoa de estabilização.** Cascavel. 2010. 241 f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, 2010. Disponível em: <http://tede.unioeste.br/tede/tde_arquivos/1/TDE-2011-03-14T184150Z-543/Publico/Adriana%20Maria%20Meneghetti.pdf>. Acesso em: 05 dez. 2016.

MENGEL, K.; KIRKBY, E. A. **Priciples of plant nutrition.** Bern: International Postash Institute, 1987.

MEURER, E. J. **Fundamentos de química do solo.** Porto Alegre: Evangraf, 2010.

MIYAZAWA, M.; PAVAN, M. A.; BLOCH, M. F. **Análise química de tecido vegetal.** Londrina: IAPAR, 1992.

NA SALA COM GISMONTI: ASSUNTOS SOBRE AGRONOMIA. **Como coletar as amostras de fertilizantes para análise das garantias de nutrientes.** 2009. Disponível em: <<http://agronomiacomgismonti.blogspot.com.br/2009/11/como-coletar-as-amostras-de.html>>. Acesso em: 05 dez. 2016.

NELSON, D. W.; SOMMERS, L. E. Total carbon, organic and organic matter. In: PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY D. R. (Ed.). **Methods of soil analysis.** Madison: American Society of Agronomy, 1982. p. 539-579.

OLEYNIK, J. et. al. **Análises de solo:** tabelas para transformação de resultados analíticos e interpretação de resultados. 5. ed. Curitiba: EMATER-Paraná, 1998.

PAIVA NETTO, J. E. et al. Observações sobre os grandes tipos de solos do Estado de São Paulo. **Bragantia**, v.11, p. 227-253, 1951.

PAVAN, M. A. et al. **Manual de análise química do solo e controle de qualidade.** Londrina: IAPAR, 1992.

PENÍNSULA FERTILIZANTES. **Coleta de amostras.** Disponível em: <<http://www.peninsulafertilizantes.com.br/produtos/tecnico>>. Acesso em: 29 maio 2017.

QUAGGIO, J. A. Métodos de aplicação do calcário em culturas anuais e perenes. In: SIMPÓSIO SOBRE APLICAÇÃO DE CALCÁRIO NA AGRICULTURA, 1., 1986, Campinas. **Anais...** Campinas: Fundação Cargill, 1986. p. 21.

QUAGGIO, J. A.; RAIJ, B. V. Comparação de métodos rápidos para a determinação da matéria orgânica em solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 3, p. 184-187, 1979.

RAIJ, B. V. et al. (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: IAC, 2001.

RAIJ, B. V. et al. (Ed.). **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. Campinas: Instituto Agronômico, 1997. Boletim Técnico nº 100. Disponível em: <<http://www.iac.sp.gov.br/publicacoes/boletim100/versaoimprensa.php>>. Acesso em: 24 maio 2017.

RAIJ, B. V. **Fertilidade do solo e adubação**. São Paulo: Agronômica Ceres; Piracicaba: Potafos, 1991.

RAIJ, B. V.; BATAGLIA, O. C. Análise química do solo. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P. (Ed.). **Micronutriente na agricultura**. Piracicaba: Potafos, 1991. p. 333-335.

RAIJ, B. V.; QUAGGIO, J. A. Methods used for diagnosis and correction of soil acidity in Brazil: na overview. In: MONIZ, A. C. et al. (Ed.). **Plant-soil interactions at low pH: sustainable agriculture and forestry production**. Campinas: Brazilian Soil Science Society, 1997. p. 205-214.

REHAGRO ENSINO. **Importância da amostragem dos adubos**. 2017. Disponível em: <<http://rehagro.com.br/importancia-da-amostragem-dos-adubos/>>. Acesso em: 25 nov. 2017.

RIBEIRO, A. C.; GUIMARÃES, P. T. G.; ALVAREZ, V. H. (Ed.). **Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais**. Viçosa: Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais, 1999.

RICHARDS, L. A. (Ed.). **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: USDA, 1954.

ROSSETTO, R. **Diagnose familiar**. Disponível em: <<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/cana-de-acucar/arvore/CONT000fkch7tf302wyiv80sq98yqk1vc13r.html>>. Acesso em: 04 dez. 2017.

SANTI, A. L. et al. É chegada a hora da integração do conhecimento. **Revista Plantio Direto**, Passo Fundo, jan./fev. 2009. Disponível em: <http://www.plantiodireto.com.br/?body=cont_int&id=907>. Acesso em: 14 jan. 2016.

SANTI, A. L. **Relações entre indicadores de qualidade do solo e a produtividade das culturas em áreas com agricultura de precisão**. 2007. 175 f. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2007. Disponível em: <<http://w3.ufsm.br/ppgcs/images/Teses/ANTONIO-LUIS-SANTI-TESE.pdf>>. Acesso em: 05 dez. 2016.

SEMENTES OESTE PAULISTA (SOESP). **Análise da fertilidade do solo**. Disponível em: <<http://www.sementesoesp.com.br/conteudo.php?idpage=6>>. Acesso em: 04 dez. 2017.

SHOEMAKER, H. E.; MCLEAN E. O.; PRATT, P. F. Buffer methods for determining lime requirement of soil with appreciable amounts of extractable aluminium. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 25, n. 4, p. 274-277, 1961. Disponível em: <<https://dl.sciencesocieties.org/publications/sssaj/abstracts/25/4/SS0250040274?access=0&view=pdf>>. Acesso em: 13 dez. 2016.

SILVA, E. E.; AZEVEDO, P. H. S.; DE-POLLI, H. **Determinação da respiração basal (RBS) e quociente metabólico do solo (qCO₂)**. Rio de Janeiro: Embrapa Agrobiologia, 2007b. Comunicado Técnico 99. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/627577/1/cot099.pdf>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

SILVA, E. E.; AZEVEDO, P. H. S.; DE-POLLI, H. **Determinação do carbono da biomassa microbiana do solo (BMS-C)**. Rio de Janeiro: Embrapa Agrobiologia, 2007c. Comunicado Técnico 98. Disponível em: <<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPAB-2010/34389/1/cot098.pdf>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

SILVA, E. E.; AZEVEDO, P. H. S.; DE-POLLI, H. **Determinação do nitrogênio da biomassa microbiana do solo (BMS-N)**. Rio de Janeiro: Embrapa Agrobiologia, 2007a. Comunicado Técnico 96. Disponível em: <<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPAB-2010/34388/1/cot096.pdf>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

SILVA, F. C. (Ed.). **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. Brasília: EMBRAPA, 2009.

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. Brasília: Embrapa Solos: 1999.

SILVA, J. A.; BREMNER, J. M. Determination and isotope ratio analysis of different forms of nitrogen in soils: 5- fixed ammonium. **Soil Science Society of America**, Madison, v. 30, p. 587-594, 1966.

SIQUEIRA, O. J. F. et al. **Recomendações de adubação e calagem para os estados do Rio Grande do Sul e Santa Catarina**. Passo Fundo: Embrapa-CNPT, 1987.

SMITH, J. L.; PAUL, E. A. The significance of soil microbial biomass estimations. In: BOLLAG, J. M.; STOTZKY, G. (Ed.). **Soil Biochemistry**. New York: Marcel Dekker, 1990. v. 6. p. 367-396.

SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. **Manual de adubação e de calagem para os Estados do Rio Grande do Sul e Santa Catarina**. Porto Alegre: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo: Comissão de Química e Fertilidade do Solo, 2004.

SOLOQUÍMICA. **A importância do método de coleta no resultado das análises**. Disponível em: <<http://soloquimica.com.br/como-coletar/>>. Acesso em: 07 de jun. 2015.

SOUSA, D. M. G.; LOBATO, E.; REIN, T. A. **Uso de gesso agrícola nos solos dos cerrados**. Planaltina, DF: EMBRAPA, 2005. Circular Técnica nº 32.

SPARLING, G. P.; WEST, A. W. A direct extraction method to estimate soil microbial C: calibration in situ using microbial respiration and ¹⁴C-labeled cells. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 20, n. 3, p. 337-343, 1988. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071788900144>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

SUMNER, M. E. Procedures used for diagnosis and correction of soil acidity: a critical review. In: MONIZ, A. C. et al. (Ed.). **Plant-soil interactions at low pH: sustainable agriculture and forestry production**. Campinas: Brazilian Soil Science Society, 1997. p. 195-204.

TATE, K. R.; ROSS, D. J.; FELTHAM, C. W. A direct extraction method to estimate soil microbial c: effects of experimental variables and some different calibration procedures. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 20, n. 3, p. 329-335, 1988. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071788900132>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

TEDESCO, M. J. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995.

TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C. Conjunto modulado em vidro para destilação a vapor de amônia pelo método Kjeldahl. **Revista Brasileira de Ciência do solo**, Viçosa, v. 3, p. 61-63, 1979.

TRANI, P. E.; HIROCE, R.; BATAGLIA, O. C. **Análises foliar**: amostragem e interpretação. Campinas: Fundação Cargill, 1983.

UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA (UDESC). **Laboratório de geotecnia e pavimentação**. Disponível em: <<http://www.joinville.udesc.br/portal/departamentos/dec/labmes/equipamentos.php>>. Acesso em: 25 nov. 2017.

VANCE, E. D.; BROOKES, P. C.; JENKINSON, D. S. An extraction method for measuring soil microbial biomass C. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 19, n. 6, p. 703-707, 1987. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038071787900526>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

VETTERLEIN, D.; HÜTTL, R. F. Can applied organic matter fulfil similar functions as soil organic matter?: risk-benefit analysis for organic matter application as a potential strategy for rehabilitation of disturbed ecosystems. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 213, n. 1-2, p. 1-10, 1999. Disponível em: <https://www.jstor.org/stable/42950508?seq=1#page_scan_tab_contents>. Acesso em: 15 dez. 2016.

VETTORI, L. **Métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: EPFS, 1969. Boletim Técnico nº 7. Disponível em: <https://library.wur.nl/isric/fulltext/isricu_i00001402_001.pdf>. Acesso em: 14 dez. 2016.

VIEIRA, W.; SILVA, F. C. Análises de fertilizantes minerais, organominerais e corretivos. In: SILVA, F. C. (Ed.). **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. Brasília: EMBRAPA, 2009. p. 237-294.

VITTI, G. C. **Avaliação e interpretação do enxofre no solo e na planta**. Jaboticabal: FUNEP, 1988.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of the Degtjareff for determining soil organic matter, and proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 37, n. 1, p. 29-38, jan. 1934. Disponível em: <http://journals.lww.com/soilsci/citation/1934/01000/an_examination_of_the_degtjareff_method_for.3.aspx>. Acesso em: 14 dez. 2016.

WARDLE, D. A. Metodologia para quantificação da biomassa microbiana do solo. In: HUNGRIA, M.; ARAÚJO, R. S. (Ed.). **Manual de métodos empregados em estudos de microbiologia agrícola**. Brasília: EMBRAPA-SPI, 1994. p. 419-436.

WARDLE, D. A.; PARKINSON, D. Interactions between microclimatic variables and the soil microbial biomass. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v. 9, n. 3, p. 273-280, June 1990. Disponível em: <<http://link.springer.com/article/10.1007/BF00336239>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

WITT, C. et al. A rapid chloroform-fumigation extraction method for measuring soil microbial biomass carbon and nitrogen in flooded rice soils. **Biology and Fertility of Soils**, Firenze, v. 30, n. 5, p. 510-519, mar. 2000. Disponível em: <<http://link.springer.com/article/10.1007/s003740050030>>. Acesso em: 15 dez. 2016.

YEOMANS, J. C.; BREMMER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 19, n. 13, p. 1467-1476, 1988. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00103628809368027>>. Acesso em: 14 dez. 2016.

YEOMANS, J. C.; BREMMER, J. M. Carbon and nitrogen analysis of soils by automated combustion techniques. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 22, n. 9-10, p. 843-850, 1991. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00103629109368458>>. Acesso em: 14 dez. 2016.

SOBRE A AUTORA





Adriana Maria Meneghetti

Professora da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Graduada em Química pelas Faculdades Reunidas de Administração, Ciências Contábeis e Ciências Econômicas de Palmas (FACEPAL). Mestre, Doutora e Pós-Doutora em Engenharia Agrícola pela Universidade Estadual do Oeste do Paraná (UNIOESTE). Atua na linha de pesquisa Metabólitos secundários. Coordenadora do Grupo de Pesquisa Metabólitos secundários.

Formato 160 x 230 mm

Tipografia Myriad Pro

Editora filiada a



O objetivo deste material é apresentar métodos de coleta de solo (georreferenciada e ao acaso), planta e fertilizante, bem como a determinação dos parâmetros de acidez do solo e análise dos corretivos de acidez do solo. Para isso, iniciou-se o manual abordando as principais ferramentas de coleta de solo, bem como o tipo de amostragem que deve ser realizada. Ainda apresenta alternativas de coleta de material vegetal para análise foliar. Uma parte foi destinada à análise de corretivos e o uso de gesso na agricultura; a seguir apresentaram-se metodologias para preparo de reagentes e soluções quando não são apresentados os procedimentos. O manual prossegue apresentando as principais metodologias de análise de potássio, fósforo, matéria orgânica, carbono da biomassa microbiana, nitrogênio da biomassa microbiana, enxofre, cálcio, magnésio, sódio, cobre, ferro, manganês, zinco, boro e nitrogênio no solo. Juntamente às metodologias são apresentados os métodos de preparo de reagentes e soluções, procedimentos para extração, curvas de calibração e procedimento para determinação e cálculo da concentração. Finalmente, o manual também apresenta métodos de análise de tecido vegetal, coleta e preparo das amostras para análise, tipos de digestão, procedimentos para determinação e cálculo de concentração para nitrogênio, fósforo, sódio, potássio, cobre, zinco, ferro, manganês, molibdênio e boro. Com isso espera-se que os usuários deste material consigam sanar suas dúvidas e dificuldades em laboratório, pela sequência apresentada, bem como pela maneira como são demonstrados os procedimentos de análise e os cálculos.



Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7014-209-2



9 788570 142092