



Centro de Energia Nuclear na Agricultura – CENA
Análise de Solo e Planta – CEN 0409



MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

Professores: **Cassio Hamilton Abreu Junior** – cahabreu@cena.usp.br
Takashi Muraoka – muraoka@cena.usp.br

Estagiário PAE: **Dalila Lopes da Silva** – dalila.ls@usp.br
Supervisor: **Juan Ricardo Rocha** – jr.rocha@usp.br

Piracicaba – SP 04/05/2023

➤ Bibliografia



MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Evolução da análise de solo no estado de São Paulo



1. Década de 1960

Por influência do programa nacional de análise de solo, a maioria dos laboratórios adotava praticamente os mesmo métodos:

- ✓ Ca^{2+} , Mg^{2+} e Al^{3+} → Extraídos com solução de KCl 1,0 mol/L
- ✓ P e K^{+} → Extraídos com Mehlich-1 (HCl 0,05 mol/L + H_2SO_4 0,0125 mol/L). Para P, em São Paulo, até 1982 H_2SO_4 0,025 mol/L
- ✓ pH → Determinado em água
- ✓ Cálculo da Necessidade de calagem → Visava neutralizar o Al^{3+}

➤ Evolução da análise de solo no estado de São Paulo



2. Ano de 1983

Foram introduzidas as seguintes alterações na análise de solo de rotina no estado de São Paulo:

- ✓ **pH** → Solução de CaCl_2 0,01 mol/L
- ✓ **Determinação a acidez total** → Solução tampão SMP
- ✓ **Cálculo da necessidade de calagem** → Objetivo de elevar a saturação por bases a valores preestabelecidos por cultura
- ✓ **P, K^+ , Ca^{2+} e Mg^{2+}** → Resina de troca iônica (Raij et al., 1983)

➤ Evolução da análise de solo no estado de São Paulo



3. Ano de 1996

Foram introduzidas as seguintes alterações:

- ✓ Segunda edição do Boletim técnico 100 (Raij et al., 1996);
- ✓ Introdução das análises de micronutrientes (Cu, Fe, Mn e Zn) na rotina (DTPA);
- ✓ Para algumas culturas, diagnóstico da acidez do subsolo visando à recomendação de gessagem;
- ✓ Foram atualizadas as tabelas de adubação e calagem e ampliado o número de culturas contempladas;
- ✓ Para diversas culturas, a adubação nitrogenada passou a considerar a produtividade esperada.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Curva-padrão / curva analítica

A curva-padrão corresponde à relação gráfica entre os valores de absorbância (A) e os de concentração. Com base na análise gráfica é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de

co A **curva de calibração** é a função que descreve a resposta de um detector sobre uma faixa de concentração, utilizada para

✓ prever a concentração de uma amostra desconhecida. lo

estatístico, é, então, utilizada para obter a concentração do analito de uma amostra (X previsto) que produz uma resposta observada (Y observada).

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

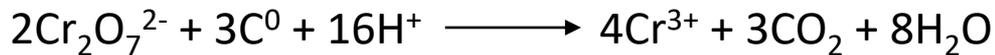
➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

1. Determinação da matéria orgânica

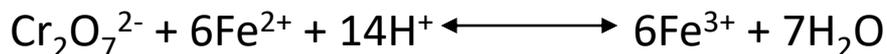
A determinação é feita pelo **método de Walkley-Black** (1934)

A determinação é baseada na oxidação da MO do solo a CO_2 por íons dicromato, em meio fortemente ácido.

Equação de oxidação:



Equação de titulação:



➤ A determinação pode ser feita por titulação ou por colorimetria

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

2. Determinação do pH em cloreto de cálcio

- ✓ O pH, representado pela atividade de íons H^+ na solução do solo, corresponde ao H dissociado existente em solução, em equilíbrio com a acidez da fase sólida
- ✓ O pH determinado em solução $0,01 \text{ mol/L}$ de $CaCl_2$ é, em média, $0,6$ unidade menor do que o pH em água. O pH em $CaCl_2$ é uma determinação mais precisa do que o pH determinado em água, que é bastante afetado por pequenas quantidades de sais presentes no solo



MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

3. Determinação da acidez total

3.1. Determinação da acidez total com solução de acetato de cálcio

A acidez total é extraída do solo com acetato de cálcio 1,0 mol/L, em pH 7,0, que é uma solução tamponada que remove o Al^{3+} e o H não dissociado do solo.

3.2. Determinação da acidez total com solução SMP

A solução tampão SMP, desenvolvida por SHOEMAKER, McLEAN & PRATT (1961), é utilizada para estimar a acidez total. O método foi adaptado por Quaggio et al. (1985), que adaptaram o uso desse método para determinação direta da acidez total.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

3. Determinação da acidez total

O uso da solução tampão SMP para determinar pH 7,0 ou H + Al requer uma curva de calibração.

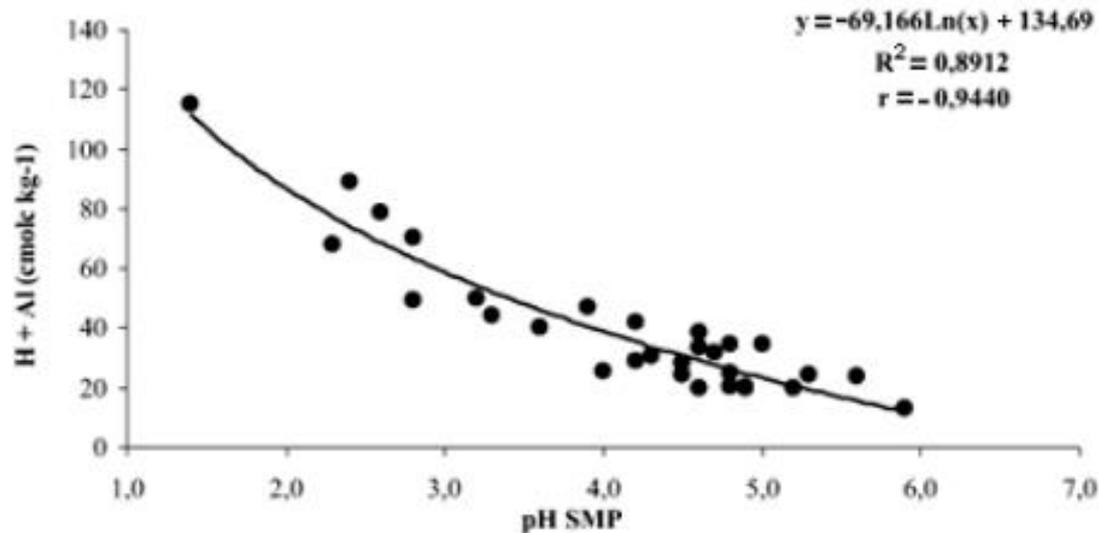


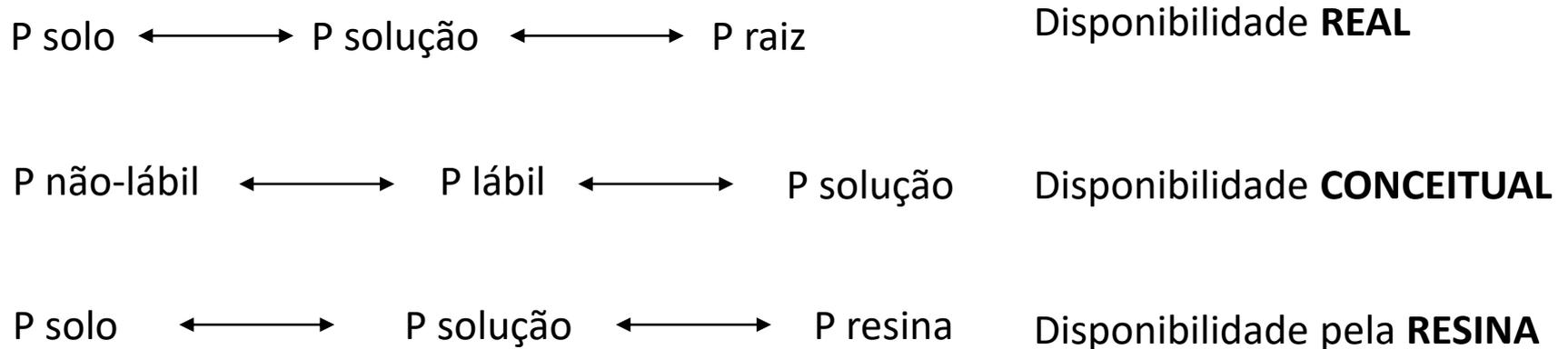
Figura 1. Relação entre a acidez potencial e o pH SMP de 30 horizontes de Organossolos e Cambissolo.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

4. Extração de P com resina trocadora de íons

O P é um elemento que forma compostos de baixa solubilidade em solos, resultando em teores baixos na solução do solo. Desta forma é difícil estabelecer extratores adequados.



O método da resina apresenta boa consistência teórica e bons resultados de correlação com diferentes culturas

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

4. Extração de P com resina trocadora de íons

Tabela 1.2. Eficiência dos extratores de P do solo, avaliada pela correlação entre índices biológicos e os teores de P no solo, por diferentes métodos, em 70 trabalhos da literatura mundial

Método	Coeficiente de determinação para solos		
	Ácidos	Alcalinos e neutros	Não especificados
Resina	84	83	69
Olsen	47	52	58
Mehlich-1	56	39	41
Bray 1	53	25	48

Adaptado de SILVA e RAIJ, 1999.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

4. Extração de P com resina trocadora de íons

Tabela 1.4. Efeito do pH do solo, alterado pela calagem, em produções e teores foliares de P em soja, nos teores de fósforo no solo avaliados por diversos extratores

pH em CaCl ₂	Produção de soja kg ha ⁻¹	Teor de P nas folhas mg kg ⁻¹	P no solo para quatro métodos			
			Resina	Mehlich-1	Bray-1	Olsen
			mg dm ⁻³			
4,5d	1.734a	2,35b	16c	9a	20a	18a
4,9c	2.246b	2,69ab	19bc	8a	22a	15ab
6,1b	2.483bc	2,88a	23b	8a	20a	13ab
6,6a	2.622c	2,85a	34a	10a	24a	12b

Fonte: RAU e QUAGGIO, 1990. Teste de Duncan, p < 0,05.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

5. Determinação de Ca, Mg e K com resina trocadora de íons

A extração é feita com uma mistura de resinas de troca catiônica e aniônica, saturadas com bicarbonato de sódio, ocorre também a extração dos cátions trocáveis, que se transferem, em grande parte, do solo para a resina. Na rotina, a curva de calibração é única para quatro elementos

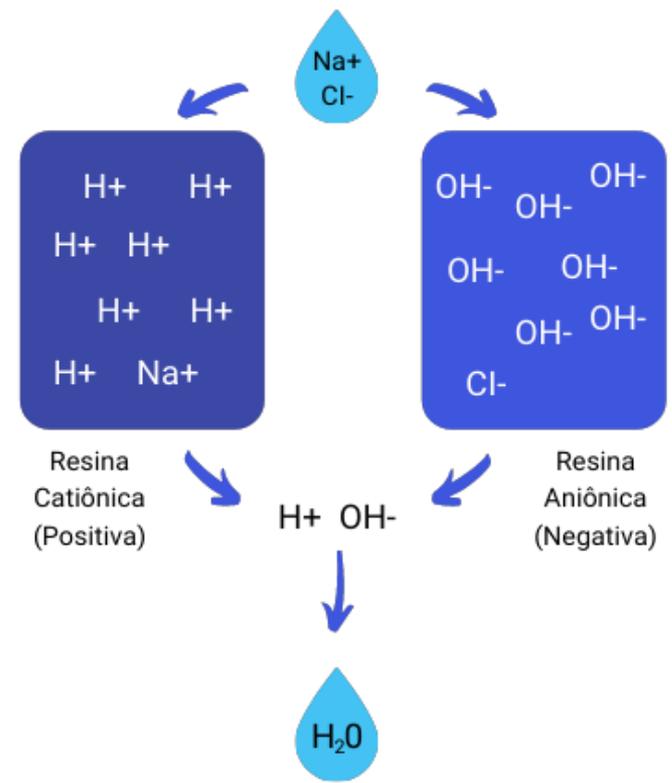
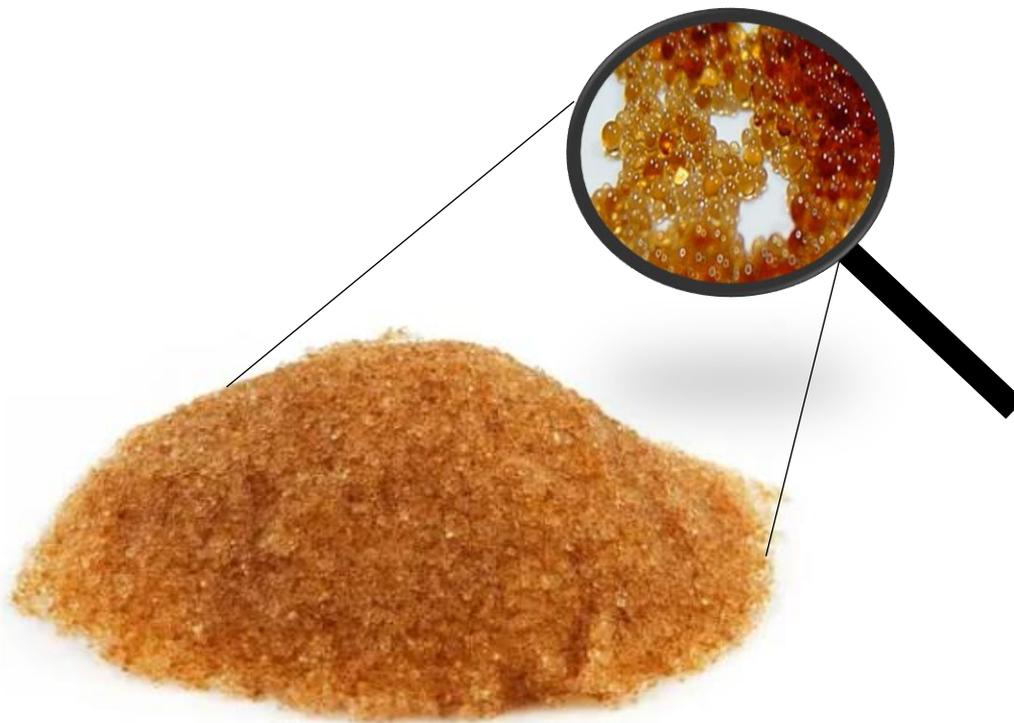
A relação entre concentração e leitura, para os quatro elementos, deve ser linear, permitindo o cálculo através de fatores. As correspondências para os padrões, em resultados finais nos solos, são os seguintes:

Solução-padrão	Ca	Mg	K	P
	mmol _c dm ⁻³			mg dm ⁻³
A	0	0	0	0
B	20	4	1,2	16
C	40	8	2,4	32
D	60	12	3,6	48
E	80	16	4,8	64
F	100	20	6,0	80

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

Resina trocadora de íons (catiônica e aniônica)

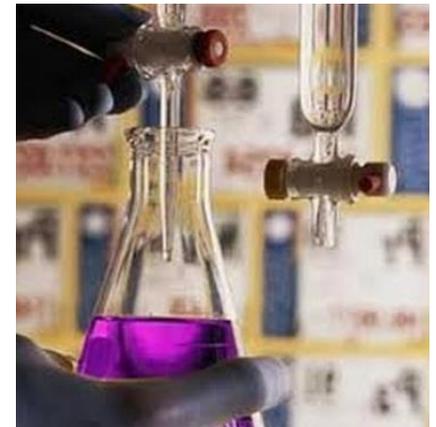


MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

6. Determinação de Al^{3+} , Ca^{2+} e Mg^{2+} com KCl

- ✓ A solução de KCl 1,0 mol/L permite a extração de cátions do solo pelo processo de troca iônica. Neste caso, a determinação do Ca^{2+} e Mg^{2+} pode ser feita por titulometria com EDTA ou por espectrofotometria de absorção atômica e o Al^{3+} é determinado por titulometria com NaOH.



MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

7. Determinação de sulfato

- ✓ O sulfato ($S-SO_4^{2-}$) representa a maior fração do S inorgânico nos solos, em geral, prontamente disponível às plantas. A determinação se baseia na extração de sulfato de amostras de solo por uma solução $Ca(H_2PO_4)_2$ 0,01 mol/L. A quantificação é feita por turbidimetria, provocada pela presença de $BaSO_4$, formada pela reação do $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ com o $S-SO_4^{2-}$



➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

8. Determinação de B em água quente, usando aquecimento com micro-ondas

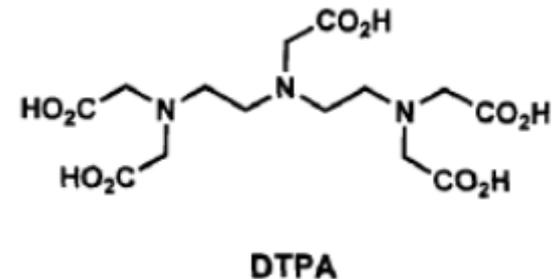
- ✓ O método original foi desenvolvido por Berger e Truog (1930) e sofreu várias modificações, em função da necessidade de vidraria livre de B, baixo rendimento do método e dificuldade de um controle preciso no tempo de aquecimento e resfriamento da suspensão solo/solução.
- ✓ Em 1994, Abreu et al. substituíram a água quente ou cloreto de Ca pela solução de cloreto de Ba, e o aquecimento sob refluxo pelo aquecimento assistido por micro-ondas, o que melhorou a determinação por espectrofotometria e por ICP-AES.

MÉTODOS DE ANÁLISE DO IAC

➤ Métodos utilizados no Sistema IAC

9. Determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Cd, Cr, Ni e Pb com solução de DTPA em pH 7,3

- ✓ O método de DTPA está entre os mais eficientes para avaliar a disponibilidade de micronutrientes (Cu, Fe, Mn e Zn) em amostras de solo.
- ✓ O princípio do método utilizando a solução de DTPA pH 7,3, desenvolvido por Lindsay e Novell (1978), é a complexação dos metais. O agente quelante reage com íons livres de Cu, Fe, Mn, Zn, Cd, Cr, Ni e Pb em solução, formando complexos solúveis.
- ✓ A determinação dos elementos pode ser feita por espectrofotometria de absorção atômica ou por ICP-AES.







Universidade de São Paulo - USP
Centro de Energia Nuclear na Agricultura – CENA
Análise de Solo e Planta – CEN 0409



Obrigado!

Perguntas?

Professores: **Cassio Hamilton Abreu Junior** – cahabreu@cena.usp.br
Takashi Muraoka – muraoka@cena.usp.br

Estagiário PAE: **Dalila Lopes da Silva** – dalila.ls@usp.br

Supervisor: **Juan Ricardo Rocha** – jr.rocha@usp.br