

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Solos  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

# **Manual de Métodos de Análise de Solo**

**3ª edição revista e ampliada**

*Paulo César Teixeira  
Guilherme Kangussu Donagemma  
Ademir Fontana  
Wenceslau Gerales Teixeira  
Editores Técnicos*

**Embrapa**  
Brasília, DF  
2017

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

**Embrapa Solos**

Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024. Jardim Botânico

CEP: 22460-000 - Rio de Janeiro, RJ

Fone: + 55 (21) 2179-4500

Fax: + 55 (21) 2179-5291

<https://www.embrapa.br>

<https://www.embrapa.br/fale-conosco/sac/>

**Unidade responsável pelo conteúdo e edição**

Embrapa Solos

**Comitê de Publicações da Embrapa Solos**

Presidente: *José Carlos Polidoro*

Secretário-Executivo: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Membros: *Ademar Barros da Silva, Adriana Vieira de C. de Moraes, Alba Leonor da Silva Martins, Enyomara Lourenço Silva, Evaldo de Paiva Lima, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Luciana Sampaio de Araujo, Maria Regina Laforet, Maurício Rizzato Coelho, Moema de Almeida Batista, Wenceslau Gerales Teixeira*

Supervisão editorial: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Normalização bibliográfica: *Luciana Sampaio de Araujo*

Editoração eletrônica: *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

Capa: *Eduardo Guedes de Godoy*

Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes e  
Marcos Antônio Nakayama*

**3ª edição**

Publicação digitalizada (2017)

**Todos os direitos reservados.**

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**

Embrapa Solos

---

Manual de métodos de análise de solo / Paulo César Teixeira ... [et al.], editores técnicos. – 3. ed. rev. e ampl. – Brasília, DF : Embrapa, 2017.

573 p. : il. color.

ISBN 978-85-7035-771-7

1. Análise do solo. 2. Física do solo. 3. Química do solo. 4. Matéria orgânica. 5. Mineralogia. I. Teixeira, Paulo César. II. Donagemma, Guilherme Kangussu. III. Fontana, Ademir. IV. Teixeira, Wenceslau Gerales. V. Embrapa Solos.

CDD 631.40202

## — Capítulo 3 —

# NITRATO E AMÔNIO

David Vilas Boas de Campos

Bruno José Rodrigues Alves

Paulo César Teixeira

Claudia Pozzi Jantalia

Bianca Braz Mattos

### **3.1 Nitrato e amônio determinados pelo método volumétrico**

#### **3.1.1 Princípio**

Os íons nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ) e amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) em amostras de solo são determinados após extração com  $\text{KCl}$   $1 \text{ mol L}^{-1}$ , seguida de destilação, em que o nitrogênio é retido em solução de ácido bórico e posterior titulação com ácido forte. A liga de Devarda é utilizada para redução do nitrato a amônio.

#### **3.1.2 Material e Equipamentos**

- Erlenmeyer de 125 mL e 250 mL.
- Balões volumétricos de 100 mL, 250 mL e 1 L.

- Pipeta volumétrica de 25 mL.
- Bureta volumétrica ou digital.
- Pipeta.
- Proveta.
- Almofariz.
- Destilador de nitrogênio.
- Agitador de mesa horizontal com garras para Erlenmeyer de 125 mL.
- Balança analítica.
- Tubos de Digestão (compatíveis com o destilador).
- Mufla.

### 3.1.3 Reagentes e Soluções

- **Liga de Devarda p.a**
- **Óxido de magnésio p.a.** – O MgO deve ser calcinado. Colocar em mufla a 500 °C por 6 horas.
- **Solução de cloreto de potássio 1 mol L<sup>-1</sup>** – Dissolver 74,5 g de KCl em balão volumétrico de 1 L e completar o volume com água destilada ou deionizada.
- **Solução de ácido bórico 4%** – pesar 40 g de ácido bórico e transferir para balão volumétrico de 1 L. Dissolver e completar o volume com água destilada ou deionizada.
- **Solução mista de indicadores** – misturar um volume da solução de vermelho de metila 1 g L<sup>-1</sup> e 10 volumes da solução de verde de bromocresol 1 g L<sup>-1</sup>.
- **Indicador verde de bromocresol 1 g L<sup>-1</sup>** – pesar 0,25 g do indicador, triturar em almofariz com 7 mL a 8 mL de solução aquosa de NaOH 4 g L<sup>-1</sup>. Transferir para balão

volumétrico de 250 mL e completar o volume com água destilada ou deionizada.

- **Indicador vermelho de metila  $1 \text{ g L}^{-1}$**  – dissolver 0,1 g de vermelho de metila em álcool etílico e transferir para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com álcool etílico. Homogeneizar.
- **Indicador alaranjado de metila  $1 \text{ g L}^{-1}$**  – dissolver 0,1 g de alaranjado de metila em água e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de ácido sulfúrico  $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$**  – Transferir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado para balão volumétrico de 1 L contendo aproximadamente 800 mL de água. Deixar esfriar e completar o volume com água (essa solução tem aproximadamente  $0,25 \text{ mol L}^{-1}$ ). Homogeneizar e armazenar. Diluir 10 mL dessa solução com água destilada ou deionizada em balão volumétrico de 1 L. Completar o volume, homogeneizar e padronizar a solução.
- **Solução de carbonato de sódio  $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$**  – Pesar exatamente 0,2650 g de carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) p.a., padrão primário, previamente seco em estufa por 2 horas à temperatura de  $270 \text{ }^\circ\text{C}$  e resfriado em dessecador. Transferir para balão volumétrico de 1 L, completar o volume com água destilada ou deionizada e agitar até completa solubilização.

### **3.1.3.1 Padronização da solução de ácido sulfúrico $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$**

- Pipetar 25,00 mL da solução de carbonato de sódio  $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$  para Erlenmeyer de 250 mL.
- Adicionar 4 a 5 gotas do indicador alaranjado de metila  $1 \text{ g L}^{-1}$ .

- Titular com a solução de ácido sulfúrico  $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$  até começar a variar a cor do indicador em relação a uma solução de referência (usar uma solução com 80 mL de água fervida por 2 minutos acrescidos de três gotas de alaranjado de metila). Interromper a titulação, ferver por 2 a 3 minutos, esfriar e prosseguir a titulação até variação definitiva da cor do indicador para um tom laranja avermelhado; anotar o volume final, em mililitros.
- Fazer três repetições. Calcular a média das concentrações encontradas.

$$M_{as} = \frac{25,00 \times 0,0025}{V_a}$$

Em que:

$M_{as}$  – concentração da solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , em  $\text{mol L}^{-1}$ .

$V_a$  – volume gasto da solução de ácido sulfúrico na padronização, em mL.

Valor 25,00 – volume pipetado da solução padronizada de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$

Valor 0,0025 – concentração do padrão de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , em  $\text{mol L}^{-1}$ .

### 3.1.4 Procedimento

#### 3.1.4.1 Determinação da umidade da amostra

- Pesem 20 g do solo úmido e colocar para secar em estufa de ar forçado ajustada para  $105 \text{ }^\circ\text{C}$ . Após 3 dias, realizar a pesagem do solo seco.

#### 3.1.4.2 Extração

- Pesar 10 g de amostra de solo em Erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 100,00 mL de solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup>.
- Agitar por 1 hora em agitador horizontal circular e depois deixar em repouso por 1 hora.
- Realizar a determinação no mesmo dia.

### **3.1.4.3 Determinação**

#### **3.1.4.3.1 Determinação de Amônio**

- Pipetar 25,00 mL de sobrenadante. Transferir para tubos de digestão e adicionar 0,2 g de óxido de magnésio.
- Preparar um Erlenmeyer de 125 mL, contendo 10 mL de solução de ácido bórico 4% e três gotas da solução mista de indicadores.
- Acoplar o tubo de digestão ao destilador de nitrogênio e proceder à destilação (entre 3 e 4 minutos), coletando o condensado no Erlenmeyer previamente preparado.
- Titular com solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,0025 mol L<sup>-1</sup>, até a viragem da cor que passa de azul esverdeada para levemente vermelha. Anotar o volume gasto.
- Proceder duas provas em branco com adição de 25 mL de água destilada ou deionizada.

#### **3.1.4.3.2 Determinação de Nitrato**

- Preparar outro Erlenmeyer de 125 mL contendo 10 mL de solução de ácido bórico 4% e três gotas da solução mistura de indicadores.
- Retirar o tubo de digestão do destilador (tomar cuidado devido ao aquecimento), deixar esfriar e adicionar 0,2 g de

liga de Devarda. Imediatamente, acoplar de novo o tubo de digestão ao destilador de nitrogênio e proceder a destilação (entre 2 e 4 minutos), coletando o condensado no Erlenmeyer previamente preparado.

- Titular com solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$  até a viragem da cor, que passa de azul esverdeada para levemente vermelha. Anotar o volume gasto.
- Proceder duas provas em branco com adição de 25 mL de água destilada.

### 3.1.5 Cálculos

$$\mathbf{N - NH_4^+ \text{ (mg kg}^{-1}\text{)} = 14400 \times M_a \times (V_1 - V_{ba})}$$

Em que:

$\text{N - NH}_4^+$  – concentração de amônio no solo, em  $\text{mg kg}^{-1}$ .

$M_a$  – concentração da solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , em  $\text{mol L}^{-1}$ .

$V_1$  – volume gasto da solução de ácido sulfúrico para o amônio, em mL.

$V_{ba}$  – volume gasto da solução de ácido sulfúrico para a prova em branco do amônio, em mL.

Valor 14.400 – Equivale a  $4 \times 100 \times 36$ , sendo 4 vindo da divisão de 100 mL KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$  por 25 mL pipetado, 100 vindo da mudança de 10 g para 1 kg de solo e 36 vindo da massa de  $\text{NH}_4^+$  titulado pelo ácido ( $2 \times 18 \text{ g}$ ).

$$\mathbf{N - NO_3^- \text{ (mg kg}^{-1}\text{)} = 49600 \times M_a \times (V_2 - V_{bn})}$$

Em que:

$\text{N - NO}_3^-$  – concentração de nitrato no solo, em  $\text{mg kg}^{-1}$ .

$M_a$  – concentração da solução padronizada de  $H_2SO_4$ , em  $mol L^{-1}$ .

$V_2$  – volume gasto da solução de ácido sulfúrico para o nitrato, em mL.

$V_{bn}$  – volume gasto da solução de ácido sulfúrico para a prova em branco do nitrato, em mL.

Valor 49.600 – equivale a  $4 \times 100 \times 124$ , sendo 4 vindo da divisão de 100 mL KCl  $1 mol L^{-1}$  por 25 mL pipetado, 100 vindo da mudança de 10 g para 1 kg de solo e 124 vindo da massa de  $NO_3^-$  titulado pelo ácido ( $2 \times 62 g$ ).

Para obter o resultado expresso em teor de N das respectivas formas químicas, usar os fatores de conversão abaixo:

$$N (mg kg^{-1}) = \frac{N - NO_3^-}{4,429}$$

$$N (mg kg^{-1}) = \frac{N - NH_4^+}{1,286}$$

### 3.1.6 Observações

Separar uma alíquota da amostra de solo para determinar o teor de umidade atual (posterior apresentação dos resultados em relação ao solo seco).

Se a determinação não puder ser feita no mesmo dia da extração, é necessário realizar a filtração da amostra usando papel filtro quantitativo grade 42 e armazenar o extrato à temperatura aproximada de  $4^\circ C$ .

Sugere-se ajustar o destilador de nitrogênio para adição de 10 mL de água destilada, 10 mL de soda e tempo de destilação de 2 minutos, e não drenar o tubo de digestão após a destilação do amônio.

Pode-se fazer a calibração do método usando soluções padrões de nitrato e amônio.

## 3.2 Nitrato e amônio determinados pelo método espectrofotométrico

### 3.2.1 Princípio

Os íons nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ) e amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) em amostras de solo são determinados após extração com solução de KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$ . Para a análise de  $\text{NO}_3^-$ , utiliza-se a técnica de espectrofotometria na região ultravioleta, sem adição de reagentes. A análise de  $\text{NH}_4^+$  é feita por espectrofotometria na faixa visível, após reação de Berthelot, utilizando salicilato de sódio.

### 3.2.2 Material e Equipamentos

- Pipetas volumétricas de 10 mL, 7 mL, 5 mL, 3 mL e 1 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Agitador de mesa horizontal com garras para Erlenmeyer de 250 mL.
- Balança analítica.
- Espectrofotômetro UV-Vis.
- Agitador vortex.
- Frasco de vidro para padrões e extratos.

### 3.2.3 Reagentes e Soluções

- **Solução de cloreto de potássio  $1 \text{ mol L}^{-1}$**  – Dissolver 74,5 g de KCl em balão volumétrico de 1 L contendo água e

completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.

- **Solução estoque  $1.000 \text{ mg L}^{-1}$  de N** – Dissolver 0,5714 g de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  em balão volumétrico de 100 mL contendo água e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de salicilato/nitroprussiato** – Dissolver 33 g de salicilato de sódio e 20 mg de nitroprussiato de sódio em balão volumétrico de 100 mL, contendo água e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de citrato de sódio/hidróxido de sódio** – Dissolver 9,33 g de citrato de sódio (di-hidratado) e 4 g de hidróxido de sódio em balão volumétrico de 100 mL contendo água destilada ou deionizada e completar o volume com água destilada ou deionizada. Homogeneizar.
- **Solução de hipoclorito de sódio 5%** – Diluir 45 mL de hipoclorito de sódio (solução aquosa; mínimo 12% em massa) para um volume final de 100 mL em água destilada.
- **Solução padrão  $10 \text{ mg L}^{-1}$  de  $\text{N-NH}_4^+$  e  $10 \text{ mg L}^{-1}$  de  $\text{N-NO}_3^-$  (“Solução  $10 \text{ mg L}^{-1}$ ”)** – Pipetar 1 mL da solução estoque  $1000 \text{ mg L}^{-1}$  de N e transferir para balão volumétrico de 100 mL, completando o volume com solução de KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$ , para obter uma solução  $10 \text{ mg L}^{-1}$  de  $\text{N-NH}_4^+$  e  $10 \text{ mg L}^{-1}$  de  $\text{N-NO}_3^-$ .
- **Soluções-padrão de N (diluídas) - (0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9 e 1,1  $\text{mg L}^{-1}$  de  $\text{N-NH}_4^+$  e  $\text{N-NO}_3^-$ )** – pipetar 1, 3, 5, 7, 9 e 11 mL de solução  $10 \text{ mg L}^{-1}$  para balões volumétricos de 100,00 mL e completar o volume com a solução de KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$ . Usar também a solução extratora pura para obter a concentração de  $0,0 \text{ mg L}^{-1}$  de N. Guardar as soluções em frascos tampados, com indicação das concentrações nos rótulos. Obs.: padrões mais concentrados podem ser usados, desde que as leituras de absorvância se mantenham abaixo de 1.

### 3.2.4 Procedimento

#### 3.2.4.1 *Determinação da umidade da amostra*

- Pesar 20 g do solo úmido e colocar para secar em estufa de ar forçado ajustada para 105 °C. Após três dias, realizar a pesagem do solo seco.

#### 3.2.4.2 *Extração*

- Pesar 20 g de amostra de solo em Erlenmeyer de 250 mL previamente tarado e adicionar 60 mL de solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup>.
- Agitar por 30 minutos em agitador horizontal circular (200 rpm), e depois deixar em repouso por, no mínimo, 15 minutos e filtrar. Em geral, os filtros rápidos são suficientes. Solos argilosos, ricos em óxidos de ferro, podem requerer filtração lenta para obter um extrato suficientemente claro. Utilizar a centrifugação em vez da filtração é um recurso para se conseguir extratos incolores em um tempo mais curto.
- Pipetar 25 mL dos extratos, transferir para frascos limpos e seguir à determinação das formas minerais de N preferencialmente no mesmo dia. Caso necessário, os frascos contendo os extratos podem ser armazenados em geladeira para análise no dia seguinte.
- Reservar parte da solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup> para preparação do branco.

#### 3.2.4.3 *Determinação de amônio e nitrato*

##### 3.2.4.3.1 *Determinação de amônio*

- Em um béquer com volume final compatível com o número de análises a serem realizadas, preparar uma solução contendo uma parte da solução de salicilato/nitroprussiato e duas partes da solução de citrato de sódio/hidróxido de sódio. Agitar.
- Pipetar 4 mL de cada solução padrão preparada e também 4 mL dos extratos das amostras, em tubos de ensaio individuais. Pipetar 4 mL da solução KCl  $1 \text{ mol L}^{-1}$  em mais dois tubos de ensaio (brancos).
- Aplicar a mesma diluição para o branco caso seja necessário fazê-la para a amostra.
- Em cada tubo contendo os padrões, amostras e branco, adicionar 0,9 mL da mistura de soluções (uma parte da solução de salicilato/nitroprussiato e duas partes da solução de citrato de sódio/hidróxido de sódio). Agitar.
- Adicionar 0,1 mL da solução de hipoclorito de sódio em cada tubo, agitar em vórtice ou manualmente por 15 segundos. Este último passo é muito importante para completa mistura dos reagentes e, após o procedimento, manter em repouso em ambiente escuro por 2 horas.
- Agitar em vórtice para homogeneizar e proceder à leitura em espectrofotômetro UV-Vis no comprimento de onda de 647 nm.
- Realizar análise de regressão linear simples entre as concentrações nominais de  $\text{N-NH}_4^+$  (em  $\text{mg L}^{-1}$ ) e as leituras de absorvância em comprimento de onda de 647 nm.
- Após relacionar as concentrações nominais dos padrões com as leituras, obtém-se a função do tipo  $L = ax + b$ , sendo  $L$  a absorvância, e  $x$ , a concentração. Com reordenação dos termos da função, estima-se a concentração de N no extrato em função da leitura de absorvância:  $x = (L - b) / a$ .

### 3.2.4.3.2 Determinação de nitrato

- Proceder a leitura dos padrões, das amostras e dos brancos em espectrofotômetro UV-Vis nos comprimentos de onda de 220 nm e 275 nm.
- Inicialmente, calcular a absorvância devida à presença do nitrato na amostra. As absorvâncias nos menores comprimentos de onda incluem o nitrato e impurezas. No sentido dos maiores comprimentos de onda, a participação do nitrato diminui. Assim, considera-se que, no comprimento de onda de 220 nm, a absorvância reflete a presença do nitrato e de impurezas, e que, no comprimento de onda de 275 nm, a absorvância ocorre pela presença somente de impurezas. Assim, o primeiro passo é subtrair da absorvância no comprimento de onda de 220 nm, o dobro da absorvância em 275 nm. A curva analítica com padrões de nitrato pode ser obtida conforme Tabela 1.

**Tabela 1.** Exemplo de obtenção de curva analítica com padrões de nitrato.

| Concentração nominal    | Absorvância |        | Absorvância líquida (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) |
|-------------------------|-------------|--------|---|
|                         | 220 nm      | 275 nm | $A_{220\text{ nm}} - (2 \times A_{275\text{ nm}})$  |
| mg L <sup>-1</sup> de N |             |        |   |
| 0,1                     | 0,091       | 0,002  | 0,087   |
| 0,3                     | 0,278       | 0,003  | 0,272   |
| 0,5                     | 0,451       | 0,001  | 0,449   |
| 0,7                     | 0,636       | 0,002  | 0,632   |
| 1,0                     | 0,918       | 0,004  | 0,910   |

Nota: a absorvância líquida é calculada como sendo a diferença entre a absorvância obtida no comprimento de onda 220 nm menos o dobro da absorvância obtida no comprimento de onda 275 nm.

- Após relacionar as concentrações nominais dos padrões com a absorvância líquida (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), sendo a concentração colocada no eixo das abscissas e a absorvância líquida no

eixo das ordenadas, obtém-se a função do tipo  $L = ax + b$ , sendo  $L$  a absorvância líquida, e  $x$ , a concentração. Com reordenação dos termos da função, estima-se a concentração de N no extrato em função da absorvância líquida:  $x = (L - b) / a$ . Como exemplo, usando os dados fornecidos na tabela acima, a equação obtida seria  $L = 0,9123x - 0,0044$ .

### 3.2.5 Cálculos

#### 3.2.5.1 Concentração de amônio no solo

$$\text{N-NH}_4^+ = \left[ \left( \frac{L_a - b}{a} \right) - \left( \frac{L_b - b}{a} \right) \right] x \left( \frac{f x (V + v)}{m} \right)$$

Em que:

$\text{N-NH}_4^+$  – concentração de N no solo na forma de amônio, em  $\text{mg kg}^{-1}$ .

$L_a$  – leitura da amostra no espectrofotômetro, em absorvância.

$L_b$  – leitura da prova em branco no espectrofotômetro, em absorvância.

$a$  – coeficiente angular da curva analítica obtida com a leitura dos padrões.

$b$  – coeficiente linear da curva analítica obtida com a leitura dos padrões.

$f$  – fator de diluição da amostra (ex.: diluição 1:10 indica  $f = 10$ ).

$V$  – volume do extrato, em mL.

$v$  – volume de água na amostra, em mL, calculado como a diferença entre a massa úmida e a massa seca ( $m$ ) da amostra de solo usada na extração.

$m$  – massa seca da amostra de solo usada na extração, em g.

### 3.2.5.2 Concentração de nitrato no solo

$$\text{N-NO}_3^- = \left[ \left( \frac{L_a - b}{a} \right) - \left( \frac{L_b - b}{a} \right) \right] \times \left( \frac{f \times (V + v)}{m} \right)$$

Em que:

$\text{N-NO}_3^-$  – concentração de N no solo na forma de nitrato, em  $\text{mg kg}^{-1}$ .

$L_a$  – absorvância líquida da amostra [ $\text{Abs}_{220 \text{ nm}} - (2 \times \text{Abs}_{275 \text{ nm}})$ ] obtida pelo espectrofotômetro.

$L_b$  – absorvância líquida da prova em branco [ $A_{220 \text{ nm}} - (2 \times A_{275 \text{ nm}})$ ] obtida pelo espectrofotômetro.

$a$  – coeficiente angular da curva analítica (intercepto) obtida relacionando as concentrações nominais dos padrões com a absorvância líquida ( $\text{NO}_3^-$ ).

$b$  – coeficiente linear da curva analítica obtida relacionando as concentrações nominais dos padrões com a absorvância líquida ( $\text{NO}_3^-$ ).

$f$  – fator de diluição da amostra (ex.: diluição 1:10 indica  $f = 10$ ).

$V$  – volume do extrato, em mL.

$v$  – volume de água na amostra, em mL, calculado como a diferença entre a massa úmida e a massa seca ( $m$ ) da amostra de solo usada na extração.

$m$  – massa seca da amostra de solo usada na extração, em g.

### 3.2.6 Observações

Os reagentes preparados devem ser guardados em geladeira por no máximo uma semana, exceto a solução de hipoclorito de sódio, que deve ser preparada no momento da análise.

A solução de salicilato/nitroprusiato deve ser protegida da luz. Uma sugestão é usar garrafas envolvidas com papel alumínio.

A solução de hipoclorito de sódio 5% pode ser substituída por água sanitária comercial; neste caso, usar uma garrafa recém-aberta.

Os teores de nitrato e amônio se alteram com mudanças de temperatura e umidade da amostra. Por isso, no campo, as amostras de solo devem ser acondicionadas em caixa de isopor com gelo, prosseguindo-se à extração o mais rápido possível. O congelamento após a coleta é prática comum para preservar os teores próximos àqueles do momento da coleta. Se a amostra não teve esse preparo, os resultados podem não refletir a condição existente no solo no momento da coleta. As amostras congeladas precisam ser descongeladas lentamente, transferindo-se do freezer para a geladeira no dia anterior à análise.

Solos com níveis muito baixos de nitrato ( $< 1 \text{ mg kg}^{-1}$ ) e altos de matéria orgânica (especialmente em solos arenosos) podem apresentar absorvância líquida negativa, devendo-se buscar outro método mais sensível se a quantificação dessas concentrações for relevante.

### 3.3 Literatura recomendada

ALVES, B. J. R.; SANTOS, J. C. F. dos; URQUIAGA, S.; BODDEY, R. M. Métodos de determinação do nitrogênio em solo e planta. In: HUNGRIA, M.; ARAUJO, R. S. (Ed.). **Manual de métodos empregados em estudos de microbiologia agrícola**. Brasília, DF: Embrapa-SPI, 1994. p. 449-470.

KALINICHENKO, I. E.; DEMUTSKAYA, L. N. Determination of nitrates in drinking water by three-wavelength ultraviolet photometry. **Journal of Analytical Chemistry**, v. 59, n. 3, p. 211-214, Mar. 2004.

KEENEY, D. R.; NELSON, D. W. Nitrogen-inorganic forms. In: PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY, D. R. (Ed.). **Methods of soil analysis**: part 2: chemical and microbiological properties. 2nd ed. Madison: American Society of Agronomy, 1982. p. 643-698.

KEMPERS, A. J.; ZWEERS, A. Ammonium determination in soil extracts by the salicylate method. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 17, n. 7, p. 715-723, 1986.

MATOS, A. T.; LEMOS, A. F.; BARROS, F. M. Mobilidade de nitrato em solos de rampas de tratamento de água residuária por escoamento superficial. **Engenharia na Agricultura**, v. 12, n. 1, p. 57-65, 2004.

OLSEN, K. K. Multiple wavelength ultraviolet determinations of nitrate concentration, method comparisons from the Preakness Brook Monitoring Project, October 2005 to October 2006. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 187, n. 1/4, p. 195-202, Jan. 2008.

SCHIMIDT, E. Nitrification in soil. In: STEVENSON, F. J. (Ed.). **Nitrogen in agricultural soils**. Madison: American Society of Agronomy, 1982. p. 253-288.

SILVA, D. de F.; ANDRADE, C. de L. T.; SIMEONE, M. L. F.; AMARAL, T. A.; CASTRO, L. A. de; MOURA, B. F. **Análise de nitrato e amônio em solo e água**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2010. 55 p. (Embrapa Milho e Sorgo. Documentos, 114).

SILVA, E. C.; ZUCHELLO, F.; ALVES, B. J. R.; URQUIAGA, S. Avaliação do método da espectrometria UV para determinação de nitrato em extrato de solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 34., 2013, Florianópolis. **Ciência do solo**: para quê e para quem: anais. Florianópolis: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2013. 1 CD-ROM.