



Efeitos da agitação mecânica e matéria orgânica na análise granulométrica do solo

Mario Miyazawa¹ & Graziela M. de C. Barbosa¹

RESUMO

A parte mineral do solo é classificada conforme a granulometria das partículas em argila, silte e areia (fina e grossa) e sua matéria orgânica pode influir no tamanho e na estabilidade dos agregados. O objetivo deste trabalho foi avaliar os processos de agitação na eficiência de dispersão dos agregados do solo e a interferência da matéria orgânica na análise granulométrica do solo. Várias amostras de solo foram coletadas nas profundidades de 0 a 40 cm. Foram determinados: tempo de agitação da mesa agitadora recíprocante, tipo de agitador, diâmetro do recipiente para agitação recíprocante, efeito do abrasivo na agitação e oxidação da matéria orgânica com H_2O_2 30% na determinação do teor de argila. Agitação recíprocante com areia grossa foi eficiente na desagregação dos agregados do solo e é indicada para análise em série. A oxidação prévia das substâncias húmicas cimentantes do solo com H_2O_2 30% não influenciou na fragmentação dos agregados. O erro causado pela matéria orgânica do solo no teor de argila pode ser corrigido pelo valor da matéria orgânica determinado por Walkley-Black, dispensando oxidação prévia da amostra com H_2O_2 30%.

Palavras-chave: argila, oxidação da matéria orgânica, dispersão, agregados

Effects of mechanical agitation and soil organic matter on soil particle size analysis

ABSTRACT

The mineral part of soil is classified according to size of clay, silt and sand (fine and coarse) particles. The soil organic matter (OM) can influence the size and stability of clay aggregates. The aims of this study were to evaluate shaking processes on the dispersion efficiency of soil aggregates and to evaluate the influence of soil OM on soil particle size analysis. Samples from 0 to 40 cm depths of several agricultural clay soil were collected. Stirring time on reciprocating shaker, shaker types, diameter of container for reciprocating agitation, effect of abrasive on shaking and oxidation of OM with 30% of H_2O_2 on clay content determination were evaluated. Reciprocating shaking with coarse sand was efficient in the breakdown of soil aggregates and is suitable for series analysis. Previous oxidation of humic substance in soil with 30% H_2O_2 did not influence the fragmentation of clay aggregates. Error on clay content caused by soil OM can be corrected by using the value of OM determined by Walkley-Black method and does not require prior oxidation of soil sample with 30% H_2O_2 .

Key words: clay, organic matter oxidation, dispersion, aggregates

¹ IAPAR. Rod. Celso Garcia Cid, Km 375, Cx. Postal 481, CEP 86001-970, Londrina, PR. Fone (043) 3376-2000. E-mail: miyazawa@iapar.br; graziela_barbosa@iapar.br

INTRODUÇÃO

Os solos minerais são constituídos de diferentes tamanhos de partículas e classificados segundo a distribuição das frações: argilas menores que 2,0 μm , silte entre 2,0 a 20,0 μm e areias maiores que 20,0 μm . As argilas são formadas por silicato de Fe e Al e a unidade dessas partículas forma agregados estáveis de óxidos metálicos e substâncias húmicas. A estabilidade e o tamanho dos agregados aumentam de acordo com o aumento das concentrações de substâncias húmicas, principalmente ácidos húmicos, fúlvicos e polissacalídeos e também com o aumento das concentrações de óxidos e hidróxidos de Fe e de Al (Ferreira et al., 1999; Donagemma et al., 2003; Corá et al., 2009). Os açúcares, aminoácidos e outros compostos solúveis do material vegetal, são decompostos rapidamente por micro-organismos do solo e compostos fenólicos, taninos, ligninas e polissacarídeos e apresentam maior resistência (Stevenson, 1982). Esses compostos polimerizam e formam ácidos fúlvicos e húmicos, que atuam como agente cimentante das partículas, formando os agregados do solo (Stevenson, 1982; Goldberg et al., 2000).

Em uma condição definida de solo, o manejo do material vegetal, tipo de argila, clima e pH, o teor da matéria orgânica é diretamente proporcional ao teor da argila, mostrando alta afinidade química da carga negativa da matéria orgânica (grupo carboxílico e fenólico) com a carga positiva da argila (M^{n+}) (Stevenson, 1982; Goldberg et al., 2000).

A análise granulométrica do solo requer energia suficiente para vencer a força de ligação dos agregados (Vitorino et al., 2007) e substâncias húmicas, os quais devem ser fragmentados através do choque mecânico (Seta & Karathanasis, 1996; Suzuki et al., 2004; Sousa Neto et al., 2009) e adição de NaOH 0,1 mol L^{-1} ou $Na_4P_2O_7$ 10H₂O 0,1 mol L^{-1} (EMBRAPA, 1997).

O método mais utilizado se baseia na velocidade de sedimentação das partículas em suspensão aquosa, quando então as partículas maiores decantam rapidamente e as menores permanecem mais tempo em suspensão (EMBRAPA, 1997). Mediante essa metodologia, admite-se que as partículas coletadas em 4 min após agitação na profundidade de 5,0 cm a 20 °C sejam de argila + silte, e as que forem coletadas na profundidade de 10,0 cm após 4 h, sejam as argilas. Normalmente, a areia é calculada pela soma de argila + silte subtraída de 1.000 g kg^{-1} (EMBRAPA, 1997; Ruiz, 2005). Para aumentar a eficiência dos dados obtidos faz-se necessária a análise dos dados analíticos (Chang, 2002; Ruiz, 2005). Outra técnica utilizada é baseada na determinação do peso específico da suspensão, utilizando-se o densímetro (Bouyoucus). A leitura da escala no densímetro corresponde a g L^{-1} das partículas em suspensão (EMBRAPA, 1997).

Diferentes agitadores são utilizados para a desagregação dos agregados, tais como: coqueteleira de média rotação, coqueteleira de alta rotação, agitador recíprocante com 150 a 300 rpm, agitador com movimento circular de 200 a 300 rpm e movimento orbital com 15 a 20 rpm. O tempo de agitação varia de 15 min a 16 h, dependendo do agitador (Kilmer & Alexandre, 1949; Oliveira et al., 2002; Tavares Filho & Magalhães, 2008).

Para a maioria dos solos brasileiros, o uso de qualquer um desses agitadores é capaz de desagregar as partículas de solo,

mas os Latossolos com elevado teor de óxidos e hidróxidos de Fe e de Al apresentam alta resistência ao choque mecânico na desagregação. As principais características de desagregação incompleta são: menor valor em argila, maior em silte e maior desvio padrão nos resultados. Grohmann & Raij (1977) concluíram que a etapa mais importante no processo da determinação granulométrica é a desagregação mecânica e verificaram que o método da agitação com baixa rotação e longo período de tempo, com adição de areia é o mais eficaz para os Latossolos estudados, enquanto Oliveira et al. (2002), verificaram que o agitador horizontal de movimento helicoidal, com adição de 30 g de areia grossa e agitação de 3 h, promoveu maior dispersão em comparação ao método da coqueteleira.

O objetivo deste trabalho foi avaliar os processos de agitação na eficiência de dispersão dos agregados do solo e a interferência da matéria orgânica na análise granulométrica do solo por gravimetria (método da pipeta).

MATERIAL E MÉTODOS

Amostras de solo foram coletadas nos municípios de Londrina (Latossolo Vermelho Distroférico - LVdf), Palotina (Latossolo Vermelho Eutrófico - LVe), Cascavel (Latossolo Vermelho Distroférico - LVdf) e Campo Mourão (Latossolo Vermelho Distroférico - LVd), na profundidade de 0–20 cm. Essas amostras foram secadas em estufa a 60 °C, trituradas e passadas em peneira de 2,0 mm; em seguida, foram utilizadas em diferentes experimentos de laboratório para avaliação do tempo de agitação, tipo de agitadores, largura do recipiente para agitação recíprocante e efeito de oxidação da matéria orgânica na análise granulométrica.

A) Tempo de agitação do agitador recíprocante: Foi avaliado com amostras dos solos LVe e LVdf; transferiram-se 10,0 g de amostra de terra para frasco plástico de 500 mL, forma de paralelepípedo, adicionados 10 mL de areia grossa (entre 0,5 e 1,0 mm), 100 mL de NaOH 0,05 mol L^{-1} e agitadas durante: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 e 8,0 h no agitador recíprocante com 180 rpm, amplitude de 38 mm. A suspensão foi transferida para proveta de 500 mL, passada por peneira de 0,2 mm e completado o volume com água.

Utilizou-se, para as avaliações, o método da pipeta; 4 h após a homogeneização foram coletados 10 mL da suspensão, na profundidade de 10 cm e transferidos para um becker de 25 mL, secadas em estufa a 105 °C e determinada a massa seca das partículas. Todas as determinações foram feitas com três repetições.

Como estudo complementar foi avaliado o efeito da agitação sem abrasivo (areia grossa) na eficiência na desagregação das partículas. O tempo de agitação avaliado foi de: 2; 3; 4 e 6 h e comparado com 2 h de agitação com adição de areia grossa (experimento B - item 1).

B) Tipo de agitador: Foram avaliados os seguintes agitadores:

1) movimento recíprocante com 180 rpm - 10,0 g de amostra de solo foram transferidos para um frasco plástico de 500 mL, com forma de paralelepípedo, aos quais se adicionaram 10 mL de areia grossa, 100 mL de NaOH 0,05 mol L^{-1} , agitados durante

2 h, transferindo-se a suspensão para uma proveta de 500 mL e se completando o volume com água.

2) movimento circular com 220 rpm - idêntico ao procedimento anterior, em que a diferença está na forma cilíndrica do frasco de 600 mL.

3) coqueteleira com 3.200 rpm - 10,0 g de amostra de solo foram transferidos para um copo de coqueteleira de 500 mL; em seguida, adicionados 250 mL de NaOH 0,02 mol L⁻¹, mistura que foi agitada durante 15 min e a suspensão transferida para uma proveta de 500 mL.

4) coqueteleira com 12.500 rpm - todos os procedimentos foram idênticos ao anterior, diferindo apenas a rotação do agitador de 12.500 rpm.

5) tubo de centrifuga de 50 mL – transferiu-se 1,0 g de amostra de terra para um tubo de centrífuga de 50 mL, adicionando-se 1,0 mL de areia entre 0,5 e 1,0 mm, 25,0 mL de NaOH 0,02 mol L⁻¹; a solução foi agitada durante 2 h com tubo na posição horizontal, com movimento recíprocante a 180 rpm e teve o volume completado com água; 4 h depois foram pipetados 2,0 mL de suspensão nas profundidades de 5,0; 7,5 e 10,0 cm e determinada a massa seca das partículas. Os solos avaliados nos diferentes tipos de agitador foram: LVdf, LVe, LVdf e LVd.

C) Largura do recipiente para agitador recíprocante: A largura (diâmetro) dos recipientes metálicos utilizados foi: 28; 38; 47; 67; 97 e 122 mm em agitador recíprocante de 180 rpm e 38 mm de amplitude. Foram transferidos 10,0 g de amostra de solo para os recipientes e adicionados 10 mL de areia grossa, 10 mL de NaOH 0,5 mol L⁻¹, completado até a altura da suspensão pré-estabelecida com água: 5,0 cm para 28 mm diâmetro; 5,5 cm para 38 mm, 6,0 cm para 47 mm, 6,5 cm para 67 mm, 7,0 cm para 97 mm, 7,5 cm em recipiente de 122 mm, e agitados durante 2 h. Com a diferença na altura da suspensão visou-se obter maior choque mecânico. Os solos utilizados neste estudo foram: LVdf, LVe, LVdf.

D) Oxidação da matéria orgânica com H₂O₂ 30%: Utilizaram-se os seguintes procedimentos:

1) Oxidação da matéria orgânica do solo antes da agitação - foram transferidos 50 g de amostra de solo para becker de 500 mL e adicionados lentamente H₂O₂ 30% sob aquecimento entre 70 a 80 °C, até cessar o desprendimento de gás CO₂. Foram gastos entre 200 a 400 mL de H₂O₂ 30%. As amostras foram secadas em estufa a 60 °C e trituradas. Para a agitação da amostra usou-se o agitador recíprocante.

2) Oxidação da matéria orgânica da argila após separação - após pesagem da argila da TFSA (terra fina secada ao ar) foi adicionado H₂O₂ 30% até cessar o desprendimento de CO₂ com aquecimento entre 70 a 80 °C e as amostras de argila assim processadas foram secadas em estufa a 105 °C e pesadas. Cada amostra foi avaliada em seis repetições.

3) Comparação da oxidação da matéria orgânica do solo, por Walkley-Black e H₂O₂ 30% - Amostras de solos de diferentes localidades do Paraná foram coletadas: Arapongas (LVef), Sabaudia (LVef), Iporã (LVef), Turvo (LBd), Guarapuava (LBd), Santo Antonio da Platina (PVe), Curiúva (PVad) e Ibaiti (LVd), nas profundidades de 0-10 cm e 20-40 cm e preparadas TFSA. Foram determinados os teores da matéria orgânica por Walkley-Black e a perda de massa por oxidação H₂O₂ 30%. Cada amostra foi avaliada em três repetições, pipetando-se 10 mL da

suspensão de cada proveta em becker de 150 mL, secadas em estufa a 105 °C e pesadas; após a pesagem da argila, foi adicionada lentamente a H₂O₂ 30% até cessar o desprendimento de gás carbônico; as amostras assim processadas foram secadas na estufa a 105 °C e pesadas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de argila determinados em diferentes tempos de agitação recíprocante (Tabela 1), mostram que os valores encontrados para 2 a 8 h não apresentaram diferença pelo desvio padrão. Desta forma, o tempo de 2 h de agitação foi suficiente para atingir a desagregação para os Latossolos estudados. Como esses solos (Latosolos) apresentam maior resistência à desagregação mecânica, este tempo deverá ser suficiente para se obter a dispersão dos agregados nos demais solos. Referidos resultados são contrários aos encontrados por Grohmann & Rajj (1977) ao concluírem que a agitação com baixa rotação e longo período de tempo, com adição de areia, é o método mais indicado para os Latossolos.

Tabela 1. Efeito do tempo de agitação na dispersão dos agregados (média ± desvio padrão) em dois Latossolos na profundidade de 0-20 cm

Solo	Tempo de agitação da amostra (h)				
	1,0	1,5	2,0	4,0	8,0
	Argila (g kg ⁻¹)				
LVe ¹	410 ± 23,1	558 ± 14,3	570 ± 9,8	567 ± 7,9	571 ± 8,3
LVdf	577 ± 33,7	743 ± 12,3	760 ± 8,9	763 ± 9,3	758 ± 7,7

¹LVe – Latossolo Vermelho Eutrófico; LVdf – Latossolo Vermelho Distroférico

Normalmente, os laboratórios de solo utilizam a agitação recíprocante ou agitador rotatório de Wiegner (60 rpm durante 16 h), sem abrasivo, razão pela qual se avaliou a eficiência na desagregação da argila dos solos sem adição de abrasivo, reduzindo os tempos de agitação para 2 a 6 h. Verificou-se que, quando não se utiliza o abrasivo, o tempo para a dispersão da argila se eleva para 6 h. Comparando os resultados no tempo de 2 h para a dispersão da argila, obtém-se 84% (LVdf) e 92% (LVe) sem a utilização do abrasivo (Tabela 2).

Tabela 2. Valores de argila dispersa obtidos com agitação recíprocante (média ± desvio padrão), sem adição de abrasivo em dois Latossolos, na profundidade de 0-20 cm

Solo	Tempo de agitação da amostra (h)			
	2,0	3,0	4,0	6,0
	Argila (g kg ⁻¹)			
LVdf ¹	701 ± 11,1	743 ± 9,3	742 ± 9,8	758 ± 12,9
LVe	475 ± 12,5	532 ± 10,7	541 ± 11,2	562 ± 8,1

¹LVdf – Latossolo Vermelho Distroférico; LVe – Latossolo Vermelho Eutrófico

Os resultados mostram que a adição de areia grossa, partículas entre 0,5 a 1,0 mm, reduz o tempo de agitação para completa fragmentação dos agregados de argila.

Na Tabela 3 se encontram os teores de argila nas amostras dos solos estudados obtidos por diversos agitadores

comumente utilizados nos laboratórios de solo. A coqueteleira de 3.200 rpm apresentou os menores valores de argila, devido à baixa rotação e ao tempo insuficiente para a desagregação. Por outro lado, a coqueteleira de 12.500 rpm obteve valores semelhantes aos do agitador recíprocante, indicando que a coqueteleira de alta rotação foi eficiente para desagregação dos agregados de argila, no período de 2 h. Os valores obtidos com agitador de movimento circular foram inferiores aos do movimento recíprocante, indicando a ineficiência desse agitador na fragmentação dos agregados de argila.

Tabela 3. Efeito do tipo de agitadores na dispersão dos agregados (média \pm desvio padrão) utilizando-se Latossolos na profundidade de 0-20 cm

Solo	Tipo de agitador			
	A	B	C	D
	Argila (g kg ⁻¹)			
LVdf ¹	698 \pm 7,2	454 \pm 28,2	692 \pm 9,1	549 \pm 21,7
LVd	757 \pm 5,3	508 \pm 17,4	755 \pm 7,5	572 \pm 19,4
LVe	568 \pm 10,5	405 \pm 12,4	564 \pm 11,0	464 \pm 8,7
LVdf	762 \pm 7,1	497 \pm 17,4	760 \pm 7,8	594 \pm 19,5

A - Movimento recíprocante, 180 rpm, 2 h de agitação; B - Coqueteleira, 3.200 rpm, 15 min de agitação; C - Coqueteleira 12.500 rpm, 15 min de agitação; D - Movimento circular, 220 rpm, 2 h de agitação.

¹ LVdf - Latossolo Vermelho Distroférrico; LVd - Latossolo Vermelho Distroférrico; LVe - Latossolo Vermelho Eutrófico

Esses resultados diferem dos encontrados por Kilmer & Alexandre (1949), Grohman & Raij (1977) e Tavares Filho & Magalhães (2008) que indicam a agitação mecânica lenta (16 h a 30 rpm) das amostras de solo com adição de abrasivos, como a melhor metodologia para dispersão das argilas, porém esses autores compararam seus estudos com a agitação mecânica rápida (10.000 a 12.000 rpm) utilizando, no entanto, o tempo de agitação variando de 5 a 20 min. Para solos com alto teor de carbonato de cálcio, Sousa Neto et al. (2009) utilizaram os dispersantes NaOH 0,1 mol L⁻¹, NaOH 1 mol L⁻¹, Na₁₆P₁₄O₃ 0,1 mol L⁻¹ que não se mostraram eficientes na dispersão da argila e verificaram que não houve diferença entre a agitação mecânica rápida e lenta; entretanto, Suzuki et al. (2004), observaram que não é o tempo de contato do dispersante químico ou bolita que influencia a dispersão das amostras e, sim, o tempo de agitação das amostras.

Na Tabela 4 estão os valores de argila determinados por diferentes dimensões do recipiente, utilizando-se abrasivo. Os menores valores do recipiente de 28 mm de diâmetro foram resultantes, provavelmente, da falta de distância para produzir choque contra paredes; por outro lado, no recipiente de 122 mm é provável que tais valores sejam devidos à grande distância entre as paredes, dificultando a produção do choque mecânico na suspensão.

Tabela 4. Valores de argila (média \pm desvio padrão) determinados em recipientes com diferentes diâmetros utilizados para a agitação das amostras em diferentes Latossolos

Solo/Local	Recipiente (mm)					
	28	38	47	67	97	122
	Argila (g kg ⁻¹)					
LVdf ¹ / Londrina	538 \pm 18,8	719 \pm 11,2	745 \pm 8,1	741 \pm 7,9	739 \pm 9,2	635 \pm 13,2
LVe / Palotina	411 \pm 15,2	571 \pm 12,1	569 \pm 9,8	574 \pm 10,1	571 \pm 8,8	527 \pm 11,5
LVdf / Cascavel	512 \pm 21,1	697 \pm 8,9	701 \pm 7,7	697 \pm 8,9	678 \pm 8,3	577 \pm 14,5

¹ LVdf - Latossolo Vermelho Distroférrico; LVe - Latossolo Vermelho Eutrófico

A eficiência na desagregação dos solos nos recipientes de 38 a 97 mm foi semelhante, porém os maiores valores foram obtidos com 47 e 67 mm. A relação da largura do recipiente/amplitude do agitador desses recipientes foi de 1,25 a 1,75 para alcançar maior eficiência na desagregação dos agregados de argila.

Outra questão que envolve o teor de argila é a exigência deste valor nos laudos de análises de fertilidade apresentados às instituições financeiras para classificar o solo conforme sua aptidão agrícola. Esta exigência ocasionou aumento na demanda para os laboratórios de análise de solos e a rapidez na determinação deste teor é indispensável para a rotina dos laboratórios. Desta forma, o uso de tubo de centrífuga de 50 mL para agitação na dispersão dos agregados do solo facilita o manuseio e permite maior número de amostras.

A Tabela 5 apresenta os valores de argila pipetada em diferentes profundidades da suspensão, após 4 horas de homogeneização. Os valores que se aproximaram dos 10 cm da agitação recíprocante durante 2 h em frasco normal (Tabela 2, A) foram os de 7,5 cm de profundidade, com maiores valores em desvio padrão; entretanto, tal aumento no erro analítico não altera a classificação do solo para fins de aptidão agrícola.

Tabela 5. Valores de argila (média \pm desvio padrão) obtidos em diferentes profundidade da pipetagem na suspensão em tubo de centrífuga de 50 mL em Latossolos coletados na profundidade de 0-20 cm

Prof. (cm)	LVdf ¹ - Londrina	LVe - Palotina	LVdf - Cascavel
	Argila (g kg ⁻¹)		
5,0	709 \pm 26,2	508 \pm 39,7	681 \pm 11,3
7,5	753 \pm 25,2	570 \pm 18,6	702 \pm 22,1
10,0	829 \pm 8,0	595 \pm 13,3	723 \pm 21,2

¹ LVdf - Latossolo Vermelho Distroférrico; LVe - Latossolo Vermelho Eutrófico

A matéria orgânica do solo interfere na análise granulométrica em duas etapas: a primeira, subestimando os valores das partículas obtidas (argila, silte e areia) da TFSA, pois quando se pesa uma amostra de solo para análise, está incluído o peso da MO; e a segunda, quando se pesa a massa de argila da suspensão, está incluído, também, o peso da matéria orgânica, adsorvida na argila, superestimando, consequentemente, os valores da argila.

Normalmente, na análise granulométrica do solo é utilizada agitação mecânica em meio alcalino para fornecer energia suficiente visando quebrar as forças de ligação entre a argila e as substâncias húmicas; desta forma, a oxidação da matéria orgânica do solo com H₂O₂ 30% pode favorecer a fragmentação dos agregados de argila. A oxidação prévia da matéria orgânica das amostras de solo com H₂O₂ 30% contribui na diminuição

do erro na pesagem da amostra e na fragmentação dos agregados.

Os resultados (Tabela 6) indicaram que a oxidação prévia da matéria orgânica dos solos estudados com H_2O_2 30%, aumentou os valores (B) entre 13 a 17 g kg^{-1} em relação a (A); este aumento foi menor que o teor total da MO desses solos determinados pelo método Walkley-Black, entre 25,5 a 42,9 g kg^{-1} , demonstrando que a oxidação da matéria orgânica com H_2O_2 30% foi parcial. Para confirmar esta verificação, usou-se a MO residual de algumas amostras de solo (após oxidação com H_2O_2 30%) pelo método Walkley-Black e se encontraram valores entre 1,0 a 5,0 g kg^{-1} .

Tabela 6. Efeito da oxidação da matéria orgânica do solo com H_2O_2 30% no teor de argila (média \pm desvio padrão) em Latossolos na profundidade de 0-10 cm

Solo/Local	MO ¹ g kg^{-1}	Argila (g kg^{-1})		
		A*	B**	C***
LVdf ² /Cascavel	42,9	702 \pm 7,1	713 \pm 6,9	678 \pm 7,3
LVd/C. Mourão	42,1	751 \pm 5,8	761 \pm 4,9	729 \pm 6,1
LVe/Palotina	25,5	566 \pm 9,5	574 \pm 7,1	551 \pm 10,2
LVdf/Londrina	33,6	762 \pm 6,9	775 \pm 4,7	751 \pm 7,5

¹ Matéria orgânica determinada por Walkley-Black. A*) TFSA, natural; B**) oxidação da matéria orgânica na TFSA com H_2O_2 30%, antes da dispersão; C***) oxidação da matéria orgânica na argila da TFSA com H_2O_2 30% (após separação).

² LVdf – Latossolo Vermelho Distrófico; LVd – Latossolo Vermelho Distrófico; LVe – Latossolo Vermelho Eutrófico

O aumento observado nos valores da argila pela oxidação da matéria orgânica do solo com H_2O_2 30%, antes da agitação, entre 13 a 17 g kg^{-1} , resultou da perda de massa da MO oxidada e não do aumento de fragmentação dos agregados pela oxidação da matéria orgânica ligada às partículas de argila, com H_2O_2 30%.

Os resultados indicam que os agregados de argila dos Latossolos podem ser totalmente fragmentados com agitação mecânica na presença de solução de NaOH 0,05 mol L^{-1} , dispensando a pré-oxidação da matéria orgânica do solo com H_2O_2 30%.

Os valores de argila da TFSA (Tabela 6 - item B) estão subestimados, uma vez que, quando se pesa uma amostra de solo para análise, está-se incluído o peso da matéria orgânica e se faz necessária a correção do peso da amostra; por outro lado, quando se pesa a massa de argila da suspensão, aí está incluída a massa da matéria orgânica adsorvida à argila superestimando, em contrapartida, os valores de argila.

Por outro lado, quando se faz a oxidação da matéria orgânica da argila após separação, a quantidade da MO na argila (argila separada da TFSA) oxidada com H_2O_2 30% ficou entre 15 a 34 g kg^{-1} , média de 26 g kg^{-1} , indicando que uma fração das partículas de argila está intimamente ligada às substâncias húmicas (ácidos húmico e fúlvico) do solo, mesmo em alta concentração de OH⁻, utilizada na dispersão dos agregados de argila (Tabela 6, coluna C).

As substâncias húmicas possuem grupos carboxílicos e fenólicos na estrutura molecular. As cargas negativas desses grupos funcionais formam complexos estáveis com metais (Fe²⁺ e Al³⁺) da argila com o aumento da concentração de NaOH na suspensão, desloca os grupos carboxílicos e fenólicos das

argilas, haja vista que a estabilidade da ligação Mⁿ⁺OH é maior que a da Mⁿ⁺carboxílico; no entanto, uma fração permanece como argila-orgânico, em função do equilíbrio químico (Stevenson, 1982; Goldberg et al., 2000). Além disso, como o princípio do método se baseia na velocidade de decantação, as partículas argila-orgânico possuem peso específico menor que as minerais (argilas) e, portanto, permanecerão maior tempo na suspensão, mesmo as partículas maiores que 2,0 mm, causando um erro superestimado nos valores de argila.

Para comparar a oxidação da matéria orgânica da argila com Walkley-Black e H_2O_2 30%, utilizaram-se alguns solos de municípios paranaenses. Os teores de matéria orgânica determinada por Walkley-Black na TFSA variaram de 8,4 a 66,0 g kg^{-1} , média de 35,0 g kg^{-1} (Tabela 7, coluna A) e os teores de argila variaram de 104 a 803 g kg^{-1} (Tabela 7, colunas B), apresentando ampla variação na textura e nos teores de matéria orgânica do solo.

Tabela 7. Teores de argila da terra fina secada ao ar (TFSA) e argila após oxidação com H_2O_2 30%, em diferentes tipos de solos paranaenses em duas profundidades

Solo/Local	Prof. cm	g kg^{-1}					MO ^F
		MO ^A	Arg. ^B	Arg. ^C	Arg. ^D	Arg. ^E	
LVef ¹ /Arapongas	0-10	46,9	715	750	738	723	36,4
	20-40	32,1	803	830	825	804	31,1
LVef/Sabáudia	0-10	22,2	429	439	434	423	37,3
	20-40	23,1	473	484	480	466	38,1
LVef/Ibiporã	0-10	26,2	637	654	648	643	17,3
	20-40	20,2	677	691	682	681	14,8
LBd/Turvo	0-10	52,4	729	769	757	743	34,3
	20-40	20,0	698	712	708	688	34,4
LBd/Guarapuava	0-10	49,0	732	770	758	734	46,4
	20-40	35,0	762	790	783	756	43,3
PVe/S. A. Platina	0-10	20,2	121	123	122	115	66,1
	20-40	8,4	104	105	104	100	48,1
PVAd/Curiúva	0-10	66,0	585	626	614	581	71,8
	20-40	29,8	673	694	689	665	41,6
LVd/Ibaiti	0-10	42,1	399	417	409	409	20,1
	20-40	23,3	444	455	451	450	11,3

^(A) Teor da matéria orgânica da TFSA pelo método Walkley-Black; ^(B) Teor de argila da TFSA (análise de rotina em laboratório); ^(C) Teor de argila da TFSA corrigida pela massa da MO; ^(D) MO na TFSA foi oxidada com H_2O_2 30%, antes da agitação; ^(E) Teor da argila recalculada da TFSA da coluna ^(C) com base na MO da argila oxidada com H_2O_2 30% após separação; ^(F) Teor de MO na argila oxidada com H_2O_2 30% (perda da massa)

¹ LVef – Latossolo Vermelho Eutrófico; LBd – Latossolo Bruno Distrófico; PVe – Argissolo Vermelho Eutrófico; PVAd – Argissolo Vermelho-Amarelo Distrófico; LVd – Latossolo Vermelho Distrófico

A concentração de matéria orgânica na TFSA causa um erro, subestimado na pesagem da amostra de solo; por exemplo, a amostra de LVef (Arapongas) de 0-0,1 m contém 46,9 g kg^{-1} de matéria orgânica (Tabela 7, coluna A) e 715 g kg^{-1} de argila (Tabela 7, coluna B); assim, esta quantidade da argila está, na realidade, em 0,95 kg de amostra e não em 1,00 kg. Fazendo a correção e descontando a massa da matéria orgânica na argila da TFSA, ocorreu um aumento entre 10 a 70 g kg^{-1} , média de 36 g kg^{-1} nos valores de argila; outro erro é a matéria orgânica aderida à argila, pois são substâncias húmicas intimamente ligadas aos metais (Fe, Al e Mn) da argila (Stevenson, 1982). Esses resultados corroboram com Donagemma et al. (2003), em que o pré-tratamento das amostras para oxidação da matéria orgânica e óxidos de ferro e alumínio mal cristalizado, constitui

uma alternativa eficiente para a completa dispersão das amostras de solo.

A perda de massa de matéria orgânica da argila pela oxidação com H_2O_2 30% variou entre 11,3 a 71,8 g kg^{-1} , média de 36,1 g kg^{-1} (Tabela 7, coluna F). Com base nesses valores de perda de massa de matéria orgânica, foram recalculados os valores de argila da TFSA (Tabela 7, coluna C), estando os valores corrigidos na Tabela 7, coluna E.

A oxidação prévia da matéria orgânica na TFSA com H_2O_2 30% (antes da agitação), causou um aumento de até 50 g kg^{-1} , apresentando média de 25 g kg^{-1} , nos valores de argila. Dito aumento foi menor do que o teor da argila corrigido utilizando-se a massa da matéria orgânica determinada pelo método Walkley-Black, confirmando a ocorrência de oxidação parcial da matéria orgânica do solo com H_2O_2 30%.

Comparando os valores de argila determinados por dois métodos: teor da argila corrigida pela massa de matéria orgânica determinada pelo método Walkley-Black e oxidação prévia da matéria orgânica com H_2O_2 30% (Tabela 6, colunas C e D), a equação da correlação foi: $y = 0,989x - 0,232$; $R^2 = 0,9998$, indicando que ambos os métodos podem ser utilizados para oxidação da matéria orgânica na argila do solo, resultados que contradizem os encontrados por Tavares Filho & Magalhães (2008), que concluíram que a maior dispersão das amostras ocorre quando é realizado o pré-tratamento para oxidação da matéria orgânica; os autores indicam o processo da agitação lenta pela maior eficiência em relação ao processo da agitação rápida.

Em geral, a oxidação da matéria orgânica do solo com H_2O_2 30% não é total, permanecendo ainda entre 1,0 a 5,0 g kg^{-1} da matéria orgânica residual ou mais, dependendo do tipo de argila. Apesar disso, H_2O_2 30% é amplamente utilizado na oxidação da matéria orgânica do solo, visto que não há oxidante prático e de baixo custo, sem destruir a estrutura molecular da argila. A maioria dos oxidantes disponíveis nos laboratórios, tais como: $HClO_4$, H_2SO_4 , $NaClO$, entre outros, altera a estrutura da argila do solo.

Portanto, visando à análise de solo para fins de fertilidade recomenda-se a correção do teor de argila pelo peso da matéria orgânica do solo determinado por Walkley-Black e não pela oxidação prévia com H_2O_2 30%, em função da morosidade do processo, inviabilizando as análises de solo em série.

CONCLUSÕES

1. Agitação recíproca com areia grossa é eficiente na desagregação dos agregados do solo e indicada para análise em série.

2. A oxidação prévia das substâncias húmicas cimentantes do solo com H_2O_2 30% não influenciou na fragmentação dos agregados das argilas.

3. O erro causado no teor de argila pela matéria orgânica do solo mineral pode ser corrigido pelo valor da matéria orgânica determinado por Walkley-Black, dispensando oxidação prévia da amostra com H_2O_2 30%.

LITERATURA CITADA

- Chang, K. L. Optimal estimation of the granulometric composition of soil. *Soil Science*, v.167, p.135-146, 2002.
- Corá, J. E.; Fernandes, C.; Beraldo, J. M. G.; Marcelo, A. V. Adição de areia para dispersão de solos na análise granulométrica. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.33, p.255-262, 2009.
- Donagemma, G. K.; Ruiz, H. A.; Fontes, M. P. F.; Her, J. C.; Schaefer, C. E. G. R. Dispersão de Latossolos em resposta à utilização de pré-tratamentos na análise textural. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.27, p.765-772, 2003.
- EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de métodos de análise de solo. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de Solos. 1997. 212p. Documentos, 1
- Ferreira, M. M.; Fernandes, B.; Curi, N. Influência da mineralogia da fração argila nas propriedades físicas de Latossolos da região sudeste do Brasil. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.23, p.515-523, 1999.
- Goldberg, S.; Lebron, I.; Suarez, D. L. Soil colloidal behavior. In: Summer, M. E. Handbook of soil science. New York: CRC Press, 2000. Cap. 6, p. B195-B240.
- Grohmann, F.; Raij, B. van. Dispersão mecânica e pré-tratamento para análise granulométrica de Latossolos Argilosos. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.1, p.52-53, 1977.
- Kilmer, J. R.; Alexandre, L. T. Methods of making mechanical analysis of soil. *Soil Science*, v.68, p.15-24, 1949.
- Oliveira, G. C. de; Dias Júnior, M. de S.; Vitorino, A. C. T.; Ferreira, M. M.; Sá, M. A. C. de; Lima, J. M. Agitador horizontal de movimento helicoidal na dispersão mecânica de amostras de três Latossolos do sul e campos das vertentes de minas gerais. *Ciência e Agrotecnologia*, v.26, p.881-887, 2002.
- Ruiz, H. A. Incremento da exatidão da análise granulométrica do solo por meio da coleta da suspensão (silte+argila). *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.29, p.297-300, 2005.
- Seta, A. K.; Karathanasis, A. D. Water dispersible collids and influencing their dispersibility from soil aggregates. *Geoderma*, v.74, p.255-266, 1996.
- Sousa Neto, E. L. de; Figueiredo, L. H. A.; Beutler, A. N. Dispersão da fração argila de um Latossolo sob diferentes sistemas de uso e dispersantes. *Revista Brasileira de Ciência do solo*, v.33, p.723-728, 2009.
- Suzuki, L. E. A. S.; Reinert, D. J.; Kaiser, D. R.; Kunz, M.; Pellegrini, A.; Reichert, J. M.; Albuquerque, J. A. Teor de argila de solos sob diferentes tempos de agitação horizontal, tempo de contato do dispersante químico e dispersão mecânica. In: XV Reunião Brasileira de Manejo e Conservação do Solo e da Água, 2004, Santa Maria/RS. Anais...Santa Maria, 2004. CD-Rom
- Stevenson, F. J. Humus chemistry genesis, composition, reaction. New York: John Wiley & Sons, 1982. 443p.
- Tavares Filho, J.; Magalhães, F.S. Dispersão de amostras de Latossolo vermelho eutroférrico influenciadas por pré-tratamento para oxidação da matéria orgânica e pelo tipo de agitação mecânica. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.32, p.1429-1435, 2008.
- Vitorino, A. C. T.; Ferreira, M. M.; Curi, N.; Lima, J. M. D.; Montezano, Z. F. Uso de energia ultra-sônica e turbidimetria na análise textural de pequenas amostras de solo. *Revista Ciências Técnicas Agropecuárias*, v.16, p.43-48, 2007.