

## Comissão 2.4 - Química do solo

# QUANTIDADE DE FÓSFORO EXTRAÍDO PELAS SOLUÇÕES DE MEHLICH-1 E MEHLICH-3 EM RAZÃO DE DIFERENTES VELOCIDADES DE AGITAÇÃO, TEMPOS DE CONTATO E TEMPERATURAS

Lenio da Silva Santos<sup>(1)\*</sup>, Leandro Souza da Silva<sup>(2)</sup>, Alberto Cargnelutti Filho<sup>(3)</sup> e Gustavo Griebeler<sup>(4)</sup>

<sup>(1)</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Departamento de Ciência do Solo, Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

<sup>(2)</sup> Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Solos, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

<sup>(3)</sup> Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Fitotecnia, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

<sup>(4)</sup> Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Solos, Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

\* Corresponding author.

E-mail: lenio2501@hotmail.com

## RESUMO

A extração de fósforo do solo pode ser comprometida pelas condições em que a análise é realizada e isso pode explicar a variabilidade nos resultados encontrados. O objetivo deste trabalho foi verificar a influência de desvios na velocidade de agitação, no tempo de contato e na temperatura sobre a extração do P pelos extratores Mehlich-1 (M-1) e Mehlich-3 (M-3) em amostras de solo. O estudo foi conduzido por meio de três experimentos executados com 11 amostras de solo provenientes da camada arável de Latossolo, Neossolo, Argissolo, Cambissolo, Planossolo, que são representativas das regiões geomorfológicas do Planalto e da Depressão Central do Estado do Rio Grande do Sul. Para todos os experimentos, adotou-se o delineamento experimental inteiramente casualizado em esquema fatorial  $2 \times 5 \times 11$ , sendo dois extratores, cinco velocidades, temperaturas ou tempos de contato solo/solução e 11 tipos de solo, com quatro repetições. No primeiro experimento, a mistura solo:solução foi agitada em 80, 100, 120, 140 e 160 oscilações por min (opm). No segundo, após a agitação por 5 min, a mistura solo:solução foi deixada em repouso por períodos de tempo de oito, 12, 16, 20 e 24 h para retirada dos extratos. No terceiro, a temperatura de execução de todo o protocolo de

Recebido para publicação em 5 de fevereiro de 2014 e aprovado em 9 de outubro de 2014.

DOI: 10.1590/01000683rbc20150037

análises foi mantida constante em 15, 20, 25, 30 e 35 °C. O aumento na velocidade de agitação de 120 até 160 opm aumentou a quantidade de P extraído pelos extratores. O aumento no tempo de contato antes da extração da alíquota elevou as quantidades de P extraído pelo M-1 e diminuiu para o M-3. Variações na temperatura não influenciaram significativamente o extrator M-1, mas o M-3 foi mais sensível a variações. Uma padronização na velocidade de agitação, no tempo de repouso e uma climatização dos laboratórios tornam-se necessárias para diminuir a interferência causada sobre as quantidades de P extraído pelos métodos M-1 e M-3 em amostras de solo.

**Palavras-chave:** análise de solo, variabilidade analítica, padronização.

**ABSTRACT: QUANTITY OF PHOSPHORUS EXTRACTED BY MEHLICH-1 AND MEHLICH-3 SOLUTIONS AS A FUNCTION OF AGITATION SPEED, TIME OF CONTACT, AND TEMPERATURE**

*To produce reliable analytical data in a laboratory, all the stages of the analysis protocol must be properly understood and controlled. Extraction of soil P may thus be compromised by the conditions of analysis, and this may explain variability in results. Therefore, the objective of this study was to verify the effect of deviations in agitation speed, time of soil/ solution contact, and environmental temperature on extraction of soil P by Mehlich-1 (M-1) and Mehlich-3 (M-3). The study was conducted through three experiments performed simultaneously with 11 soil samples from the tilled layer of the following soils: Latossolo, Neossolo, Argissolo, Cambissolo, and Planossolo (Oxisol, Entisol, Ultisol, Inceptisol, and Alfisol) which are representative of the geomorphological regions of the Plateau and the Central Depression of the State of Rio Grande do Sul, Brazil. For all experiments, a completely randomized experimental design was adopted in a  $2 \times 5 \times 11$  factorial arrangement, consisting of two extractors, five speeds, temperatures, or times of soil/solution contact, and 11 soil types, with four replications. In the first experiment, the soil/solution mixture was shaken at 80, 100, 120, 140, and 160 oscillations per minute (opm). In the second, after shaking for 5 min., the soil/solution mixture was left at rest for periods of eight, 12, 16, 20 and 24 h before extract removal. In the third, the temperature for performing the entire analysis protocol was kept constant at 15, 20, 25, 30, and 35 °C. The increase in soil/solution contact time increased the amounts of P extracted by M1, but the amount extracted by M3 decreased. Variations in temperature did not significantly affect the M1 extractor; however, M3 was more sensitive to variations. Agitation speed greater than 120 opm increases the amounts of P extracted by the M1 and M3 extractors. There was no consistence between resting periods and the amounts of P extracted by the M1 and M3 extractors. Standardizing the agitation speed and the resting periods would minimize differences in the amount of P extracted by M1 and M3 from soil samples.*

**Keywords:** soil analysis, analytical variability, standardization.

## INTRODUÇÃO

Uma das principais preocupações dos laboratórios de análises de solo é com a precisão e exatidão dos resultados das análises, para que esses estejam o mais próximo possível do valor real. No entanto, os resultados de análises de solo estão sujeitos a erros de diversas naturezas. Atualmente, a determinação do teor de P é uma das análises que vem apresentando maior coeficiente de variação entre os laboratórios participantes do programa de controle de qualidade da Rede Oficial de Laboratórios de Análise de Solo dos Estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina (Rolas-RS/SC).

O P tem uma complexidade na sua dinâmica no solo, encontrando-se combinado à fase sólida com diferentes energias de ligação com elementos como

Fe, Al e Ca, formando compostos de baixa solubilidade (Rheinheimer et al., 2003; Estela e Cerdà, 2005; Pavinato e Rosolem, 2008; Rheinheimer et al., 2008). Assim, é um dos elementos mais estudados no âmbito de métodos de avaliação da disponibilidade às plantas, em razão da dificuldade em realizar a extração e quantificação de formas biodisponíveis. Isso é atribuído à ação específica dos métodos sobre determinados compostos de P presentes no solo, o que influencia sua eficiência (Holanda et al., 1995; Silva et al., 1999).

Em geral, a extração do P considerado disponível às plantas é realizada com soluções extratoras ou por resina de troca iônica, que buscam quantificar a capacidade de cada solo de repor o P absorvido da solução do solo pelas plantas (Rheinheimer et al., 2008). Atualmente, o extrator utilizado pelos laboratórios do Rio Grande do Sul

e de Santa Catarina para avaliar o P considerado disponível às plantas é o Mehlich-1 (M1), proposto por Mehlich (1953), adaptado por Tedesco et al. (1995). Sua ação baseia-se na dissolução ácida parcial dos colóides inorgânicos do solo pelo íon hidrogênio ( $H^+$ ), de onde é extraído o P ligado ao Ca e, posteriormente, ligado ao Al e Fe (Brasil e Muraoka, 1997). Esse extrator sofre diversas críticas em razão de subestimar as quantidades de P extraídas em solos argilosos e de superestimar em solos adubados com fosfato natural. Desse modo, estuda-se sua substituição, principalmente pelo extrator Mehlich-3 (M-3), que, em conjunto com a técnica da espectrometria de emissão ótica por plasma induzido (ICP-OES), possibilitaria determinar no mesmo extrato o P, além de outros elementos (Sikora et al., 2005), simplificando os procedimentos analíticos e aumentando a eficiência dos laboratórios de análises de solo (Bortolon e Gianello, 2008; 2010).

Entretanto, independentemente do método, a etapa de extração do P do solo considerado disponível às plantas se dá por reação química. Desse modo, no momento da execução do protocolo de análise, a taxa dessa reação pode ser influenciada por fatores como velocidade de agitação mecânica, tempo de contato da amostra com a solução extratora e temperatura sobre diversos métodos de extração (Simonis, 1996; Mellis e Rodella, 2008; Huang et al., 2011; Machado et al., 2011). Entretanto, não existem informações no âmbito dos laboratórios de análises de solo referentes à magnitude que alterações no protocolo-padrão de execução dos métodos podem influenciar a extração do P.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi verificar a influência de desvios na velocidade de agitação, no tempo de contato e na temperatura sobre a extração do P pelos extratores Mehlich-1 e Mehlich-3 em amostras de solo.

## MATERIAL E MÉTODOS

Foram coletadas 11 amostras de solo das classes Latossolo, Neossolo, Argissolo, Cambissolo e Planossolo (Quadro 1). Os solos foram coletados da camada superficial (0-20 cm) nas regiões geomorfológicas do Planalto e da Depressão Central do Estado do Rio Grande do Sul, que apresentam ampla variação dos atributos físicos, químicos e mineralógicos (Quadro 2). Foram selecionadas amostras que contemplassem as quatro classes texturais, por causa de a capacidade de extração da solução Mehlich-1 ser influenciada pelo teor de argila da amostra e com diferentes níveis de disponibilidade de P (Tedesco et al., 1995; Tedesco et al., 2004). As amostras foram preparadas e caracterizadas no Laboratório de Química e Fertilidade do Solo da Universidade Federal de Santa Maria. Essas foram secas em estufa com circulação forçada de ar durante 48 h à temperatura de 40-45 °C. A moagem das amostras foi feita em moinho de martelos com 1.700 rotações por minuto, passadas em peneira de malha 2,0 mm e armazenadas em potes de plástico.

No Laboratório de Análises de Solos da Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões - URI, *Campus* de Frederico Westphalen, foram executados os procedimentos analíticos.

Os métodos avaliados foram o Mehlich-1 (M-1), proposto por Mehlich (1953), adaptado por Tedesco et al. (1995), sendo atualmente utilizado para avaliação do P disponível às plantas no âmbito da Rolas-RS/SC; e o método Mehlich-3 (M-3), proposto por Mehlich (1984), com adaptações descritas por Schindwein (2003). Para o P extraído pela solução de M-1 ( $HCl$  0,05 mol  $L^{-1}$  +  $H_2SO_4$  0,0125 mol  $L^{-1}$ ), foram utilizados 3  $cm^3$  de solo e 30 mL de solução extratora, com agitação por 5 min em agitador pendular horizontal a 120 oscilações por minuto (opm) e decantação por 16 h, de acordo com método

**Quadro 1. Classes de solos, classe textural e nível de suficiência de fósforo das amostras de solos estudadas**

Classe de solo	Legenda	Local de coleta	Uso do solo	Classe textural	Nível de suficiência de P
Latossolo	LCm 1/A	Condor	mato	1	Alto
Latossolo	LCI 1/A	Condor	lavoura	1	Alto
Latossolo	LFWc 1/B	Frederico Westphalen	campo	1	Baixo
Latossolo	LBVm 1/B	B. V. das Missões	mato	1	Baixo
Neossolo	NFWm 2/MB	Frederico Westphalen	mato	2	Muito baixo
Neossolo	NFWc 2/MB	Frederico Westphalen	campo	2	Muito Baixo
Planossolo	PSMI 2/A	Santa Maria	lavoura	2	Alto
Planossolo	PSMI 3/A	Santa Maria	lavoura	3	Alto
Planossolo	PSMI 3/M	Santa Maria	lavoura	3	Médio
Argissolo	AII 3/M	Itaara	lavoura	3	Médio
Cambissolo	CBGm 3/M	Bento Gonçalves	mato	3	Médio

**Quadro 2. Caracterização física e química de amostras dos solos utilizados no estudo**

Solo	Areia <sup>(1)</sup>	Silte	Argila	Argila rotina	pH(H <sub>2</sub> O) <sup>(1)</sup>	Índice SMP <sup>(1)</sup>	P <sup>(1)</sup>	P <sup>(2)</sup>	MO <sup>(1)</sup>	Feo <sup>(1)</sup>	Fed <sup>(3)</sup>
LCm 1/A	213	102	685	650	4,7	5,2	9,1	10,2	3,3	76	19,7
LCl 1/A	244	171	585	700	5,5	6	8,3	9,5	3	46	26,5
LFWc 1/B	96	120	784	920	4,8	5,4	2,2	2,2	2,1	68	40,5
LBVm 1/B	75	140	785	810	4,6	5,3	2,6	3,1	5	38	33,4
PSMI 2/A	191	384	425	440	5	5,3	9,8	13,3	4,5	86	4,4
NFWm 2/MB	110	305	585	530	5,3	5,9	2,5	2,5	5,6	70	33,9
NFWc 2/MB	120	315	565	560	5,4	5,7	1,7	1,8	3,7	60	35,9
PSMI 3/A	316	339	345	300	4,8	5,3	20,4	24,1	3,2	86	1,7
All 3/M	445	250	305	330	5,1	5,6	9,3	12,7	3,2	38	10
CBGm 3/M	303	332	365	320	5,7	6,5	11,1	17,8	3,9	70	14,4
PSMI 3/M	461	274	265	260	4,8	5	8,8	12,4	2,9	84	3,4
Média	234	248,4	517,6	529,1	5,1	5,6	7,8	10	3,7	65,6	20,3
CV (%)	57,8	39,8	36,3	42	7,2	7,8	70,5	72,1	27,7	27,5	70,8

<sup>(1)</sup> Conforme Tedesco et al. (1995); <sup>(2)</sup> Conforme Schlindwein (2003); <sup>(3)</sup> Conforme Mehra e Jackson (1960). CV: coeficiente de variação.

adaptado por Tedesco et al. (1995). O procedimento de extração do P também foi realizado com a solução de M-3 (CH<sub>3</sub>COOH 0,2 mol L<sup>-1</sup> + NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 0,25 mol L<sup>-1</sup> + NH<sub>4</sub>F 0,015 mol L<sup>-1</sup> + HNO<sub>3</sub> 0,013 mol L<sup>-1</sup> + EDTA 0,001 mol L<sup>-1</sup>), na relação solo:solução de 1:10, com agitação em agitador pendular horizontal a 120 opm. O frasco de plástico de 50 mL foi substituído por frasco erlenmeyer de 50 mL igual ao utilizado na execução do M-1. A etapa de filtragem dos extratos, proposta por Mehlich (1984), foi substituída pela decantação por 16 h, conforme Bortolon e Gianello (2008). A concentração do P nos extratos foi determinada por espectrofotometria de absorção molecular UV/Vis (colorimetria) a 660 nm, num aparelho Genesys 20, conforme Tedesco et al. (1995).

### Procedimentos experimentais

O estudo foi distribuído em três experimentos, onde foram introduzidas variações em algumas das etapas fundamentais da técnica original do protocolo de análise do P estabelecidos por Tedesco et al. (1995) e Schlindwein (2003) para os métodos M-1 e M-3, respectivamente. A verificação do efeito da velocidade de agitação da mistura solo:solução foi realizada promovendo alteração da velocidade-padrão (120 opm) para os seguintes casos: 80; 100; 140 e 160 opm. Foi utilizado para agitar a mistura um agitador horizontal pendular com controlador eletrônico de velocidade, com amplitude de movimento de 50 mm. Para avaliar o efeito do tempo de extração, alíquotas de 3,0 cm<sup>3</sup> de amostra de solo foram misturadas com 30 mL dos extratores M-1 e M-3 em frasco erlenmeyer de

50 mL. A suspensão foi agitada em mesa agitadora horizontal pendular a 120 opm, durante 5 min. Após, foram deixadas em contato nos intervalos de tempo de oito, 12, 16, 20, e 24 h. Depois de decorrido o tempo estabelecido no estudo, de cada suspensão foi retirada alíquota de 3,0 mL do sobrenadante, onde os teores de P foram determinados conforme procedimento descrito por Tedesco et al. (1995). Para definir o efeito da variação da temperatura sobre as quantidades de P extraído pelos métodos M-1 e M-3, todas as etapas do procedimento analítico foram realizadas em ambiente com temperatura controlada. Os procedimentos de execução dos métodos foram realizados nas temperaturas de 15, 20, 25, 30 e 35 ± 1 °C.

### Análise estatística

Para os três experimentos, adotou-se o delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial 2 × 5 × 11, sendo: dois extratores, cinco velocidades de agitação, tempos de contato e temperaturas e 11 tipos de solos, com quatro repetições. Os resultados foram submetidos à análise de variância e, quando os efeitos foram significativos, foram ajustadas equações de regressão para os dados quantitativos. Para a escolha das equações, foram testados os modelos linear, quadrático e cúbico pelo teste F, escolhendo-se aquele com significância maior que 95 % ( $\alpha < 0,05$ ) e, no caso dos três serem significativos, optou-se pelo modelo de maior grau. Já os dados qualitativos, quando da significância dos efeitos apontada pela análise da variância, foram submetidos ao teste de comparação de médias de Tukey, tomando por base os níveis de

significância maiores que 95 % ( $\alpha < 0,05$ ). Todas as análises estatísticas foram realizadas com uso do programa computacional Sistema para Análise de Variância – Sisvar (Ferreira, 2008).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nos três experimentos, houve interação significativa ( $p < 0,05$ ) para os dois extratores, cinco velocidades de agitação, tempos de contato e temperaturas e 11 tipos de solos. Porém, o fator solo foi desconsiderado na comparação das médias em razão de pertencerem a classes de solos distintas e terem sido coletados em locais em diferentes condições de uso, o que naturalmente proporcionaria diferentes quantidades de P nas amostras, sendo, portanto, pressuposto da amostragem e independente dos métodos de extração e da fonte de variabilidade.

### Velocidade de agitação

A interação entre os fatores (métodos de extração  $\times$  velocidade de agitação  $\times$  tipos de solos) foi significativa a 5 %. Para os solos LCm 1/A; LCl 1/A; LFWc 1/B; LBVm 1/B; NFWc 2/MB; e NFWm 2/MB, que apresentaram classe textural 1 ( $> 600 \text{ g dm}^{-3}$  de argila) e 2 (410 a  $600 \text{ g dm}^{-3}$  de argila) e teores de P alto, baixo e muito baixo, as quantidades de P extraídas diferiram no momento em que a velocidade de agitação chegou a 140 opm (Quadro 3). O extrator M-3 passou a extrair mais P que o M-1 nos solos com teor alto. Já, quando a velocidade de agitação oscilou de 80 a 120 opm, não houve diferença na capacidade de extração dos dois extratores. Para os demais solos, os extratores diferenciaram entre si para as quantidades de P extraído com o aumento da velocidade de agitação, independentemente do teor de argila e de P presente no solo; o M-3 extraiu mais P em relação ao M-1.

As regressões para a quantidade de P extraída pelos extratores M-1 (Figura 1) e M-3 (Figura 2), em razão da velocidade de agitação, tiveram ajuste significativo ( $p < 0,05$ ) em 73 % dos casos para o M-1, enquanto para a solução de M-3 foi de 64 % (Figura 1). Nos extratos do M-1, observou-se que quando a variação da velocidade de agitação ficou entre 80 e 120 opm as quantidades de P extraídas praticamente não foram alteradas. Porém, quando a velocidade de agitação de 120 opm foi aumentada para 140 e 160, as quantidades de P extraídas aumentaram de forma considerável para os solos LCl 1/A, LCm 1/A, PSMI 2/A, NFWm 2/MB, PSMI 3/A, AII 3/M, CBGm 3/M e PSMI 3/M (Figuras 1 e 2). Nos extratos do M-3, houve tendência de comportamento semelhante ao M-1. No intervalo de velocidade de agitação entre 80 e 120 opm, não houve efeito significativo nas quantidades de P extraídas. Mas, quando o agitador foi regulado para 140 e 160 opm, as quantidades

de P extraídas aumentaram de forma semelhante às encontradas para o M-1, nos solos LCl 1/A, LCm 1/A, PSMI 2/A, PSMI 3/A, AII 3/M, CBGm 3/M e PSMI 3/M. Dentro de certos limites, o aumento da velocidade de agitação influenciou a capacidade de extração das soluções de M-1 e M-3, provavelmente pelo aumento do número de colisões de partículas de solo com a solução extratora e com a parede do frasco e, conseqüentemente, fazendo com que formas de P não disponíveis fossem acessadas, aumentando as quantidades de P extraídas. Resultados semelhantes foram obtidos por Stone (1971), Barrow e Shaw (1976) e Mellis e Rodella (2008), os quais observaram que alterações na intensidade de agitação influenciaram a taxa de reações químicas.

### Tempo de contato entre solo e solução extratora

A interação entre os fatores (métodos de extração  $\times$  tempo de contato  $\times$  tipos de solos) foi significativa a 5 %. Para os solos LFWc 1/B; LBVm 1/B; NFWc 2/MB; e NFWm 2/MB, que apresentaram classe textural 1 ( $600 \text{ g dm}^{-3}$  de argila) e 2 ( $410 \text{ a } 600 \text{ g dm}^{-3}$  de argila) e teores de P baixo e muito baixo, a quantidade de P extraída praticamente não diferiu em razão do maior ou menor tempo de contato (Quadro 3). Para os demais solos, houve diferença entre os extratores com o aumento do tempo de contato da solução extratora com a amostra, independentemente do teor de argila e do P presente no solo. Porém, o M-3 extraiu mais P em relação ao M-1, quando o tempo de contato foi de 8 até 20 h, aproximadamente. Os teores de P extraídos do solo pelo M-1 não apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ) quando o tempo de contato de 16 h foi reduzido para 12 e 8 h. Entretanto, quando houve aumento de 16 h para 20 e 24 h ocorreu diferença significativa em 9 e 18 % dos solos, respectivamente, indicando que pode haver lento processo cinético envolvido na dissolução do P ligado à fase sólida pelos íons de  $\text{H}^+$ .

As regressões para a quantidade de P extraída pelos extratores M-1 e M-3, em razão do tempo de contato da solução extratora e a amostra, tiveram ajuste significativo ( $p < 0,05$ ) em 36 % dos casos para o M-1, enquanto para a solução de M-3 foi de 64 % (Figura 3). Nos extratos de M-1, nos LCm 1/A, PSMI 2/A, PSMI 3/A e CBGm 3/M, a quantidade de P extraída pelo extrator M-1 tendeu a aumentar com o aumento do tempo de repouso de oito até 24 h, exceto para o PSMI 2/A que, praticamente, oscilou pela média. Nos extratos do M-3, houve diminuição na quantidade de P extraída para os solos LCl 1/A, LCm 1/A, PSMI 2/A, PSMI 3/A, AII 3/M, CBGm 3/M e PSMI 3/M. Nesses solos, os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) variaram entre 0,45 e 0,96 e, à medida que o tempo de contato entre a solução extratora e a amostra aumentou de oito para 24 h, a quantidade de P nos extratos do M-3 foi diminuindo. Isso indicou que, aparentemente, a troca de ligante do íon fluoreto ( $\text{F}^-$ ) do extrator M-3

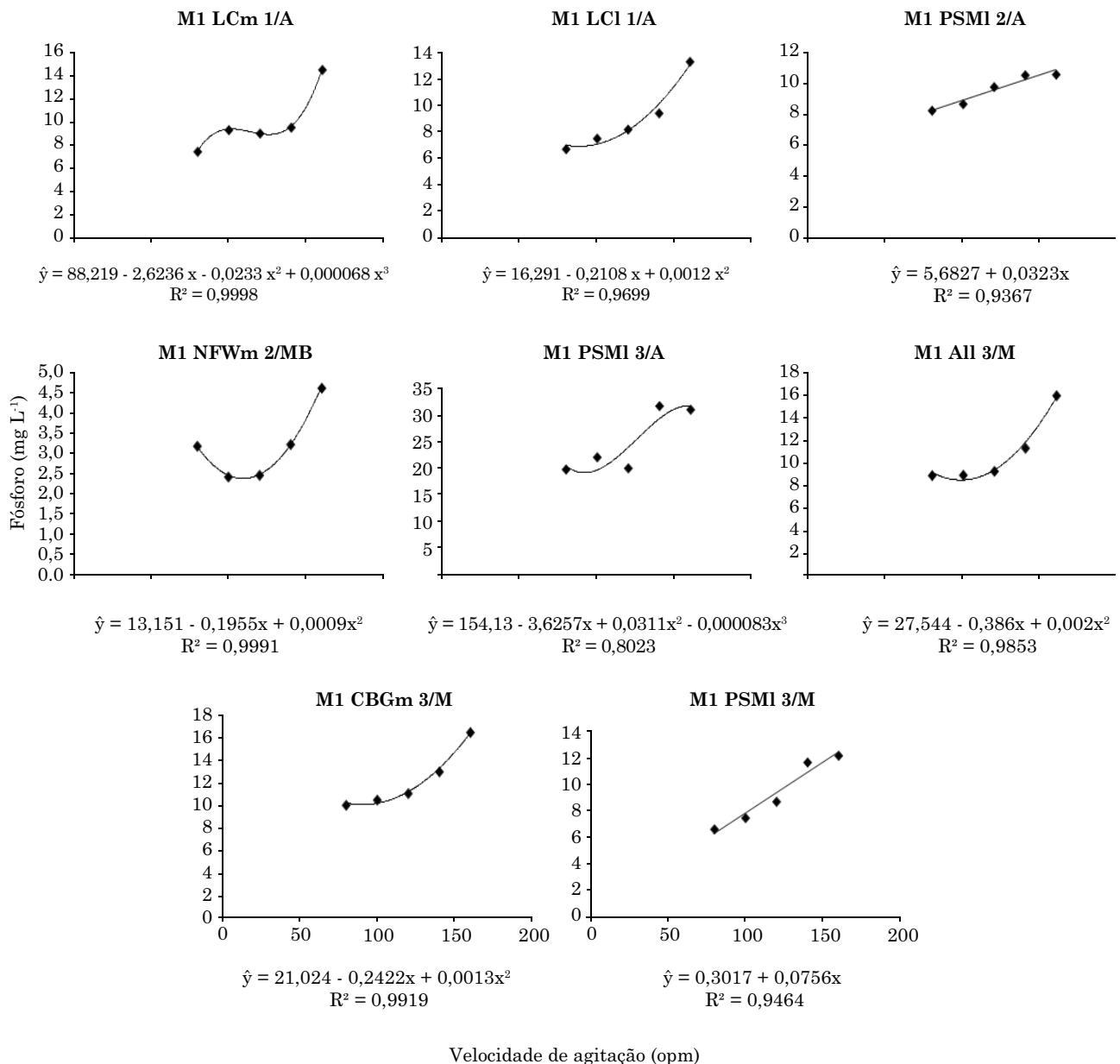
**Quadro 3. Velocidade de agitação, tempo de contato entre a solução extratora e as amostras, após a agitação, variação da temperatura e quantidade de fósforo extraída pelos extratores Mehlich-1 e Mehlich-3 em 11 amostras de solo com diferentes classes texturais e níveis de suficiência de fósforo**

Velocidade	LCm 1/A	LCI 1/A	LFWc 1/B	LBVm 1/B	PSMI 2/A	NFWm 2/MB	NFWc 2/MB	PSMI 3/A	AIi 3/M	CBGm 3/M	PSMI 3/M
P (mg L <sup>-1</sup> )											
Mehlich-1											
80	7,5	6,8	2,4	2,9	8,3 b	3,2	2,1	20,2 b	8,9 b	10,0 b	6,7
100	9,4	7,6 b	2,2	2,9	8,7 b	2,5	1,8	22,4 b	9,0 b	10,5 b	7,5 b
120	9,1	8,3	2,2	2,6	9,8 b	2,5	1,7	20,4 b	9,3 b	11,1 b	8,8 b
140	9,6 b	9,5 b	2,9	3,0	10,5 b	3,3	2,1	31,9 b	11,4 b	13,0 b	11,7 b
160	14,5 b	13,3 b	3,7 a	4,2	10,6 b	4,7 b	2,9	31,3 b	16,0 b	16,5 b	12,2 b
Mehlich-3											
80	8,3	7,9	2,0	3,2	11,9 a	2,9	1,6	27,7 a	11,3 a	16,6 a	8,0
100	8,6	9,1a	1,9	3,0	13,7 a	2,5	1,5	30,2 a	11,5 a	15,1 a	9,1 a
120	10,2	9,5	2,2	3,1	13,3 a	2,5	1,8	24,1 a	12,7 a	17,5 a	12,4 a
140	13,4 a	12,1 a	2,6	3,7	17,8 a	3,0	2,0	42,0 a	16,7 a	21,7 a	15,1 a
160	18,7 a	14,8 a	2,2b	4,1	18,3 a	2,8 a	2,0	35,1 a	20,6 a	25,3 a	17,9 a
Tempo de contato (h)											
Mehlich-1											
8	7,8 b	7,6 b	2,4	3,3b	11,8 b	3,1	2,6	18,9 b	9,3 b	9,6 b	9,8 b
12	7,3 b	7,3 b	2,3	2,7	10,1 b	2,6	1,8	20,2 b	8,6 b	10,2 b	9,4 b
16	9,1	8,3	2,2	2,6	9,8 b	2,5	1,7	20,4 b	9,3 b	11,1 b	8,8 b
20	10,3	9,2 b	3,8	3,6	11,9 b	4,4	3,4	22,1 b	9,7 b	11,2 b	10,5 b
24	8,0 b	9,1	3,0	3,3	10,6	3,4	2,7	28,5 a	9,7	11,8 b	10,0
Mehlich-3											
8	12,3 a	11,1 a	3,7	4,9 a	20,2 a	3,6	3,2	43,4 a	15,8 a	18,6 a	15,9 a
12	11,7 a	10,6 a	2,9	4,1	18,3 a	3,3	2,5	41,9 a	14,4 a	19,6 a	15,2 a
16	10,2	9,5	2,2	3,1	13,3 a	2,5	1,8	24,1 a	12,7 a	17,5 a	12,4 a
20	10,7	10,8 a	3,2	4,2	16,8 a	3,3	2,5	34,0 a	11,7 a	18,5 a	14,0 a
24	9,5 a	8,6	2,0	3,1	9,6	2,3	1,5	18,2 b	11,1	16,8 a	8,7
Temperatura (°C)											
Mehlich-1											
15	6,8 b	6,1 b	1,7	2,7	10,2 b	2,1	1,4	18,4 b	10,4 b	11,2 b	9,8 b
20	9,1	8,3	2,2	2,6	9,8 b	2,5	1,7	20,4 b	9,3 b	11,1 b	8,8 b
25	9,4	7,3	2,7	3,1	10,9 b	2,9	2,0	14,3 b	9,2 b	11,6 b	9,9 b
30	9,5	8,0	3,8	3,2	8,7 b	3,9	2,8	23,4 b	9,4 b	10,8 b	9,4 b
35	11,4 a	8,8	4,6	4,2	11,9 b	5,0	4,0	17,8 b	11,2	12,0 b	10,5
Mehlich-3											
15	9,4 a	9,0 a	2,3	3,2	16,7 a	2,8	1,5	32,5 a	13,8 a	18,2 a	15,7 a
20	10,2	9,5	2,2	3,1	13,3 a	2,5	1,8	24,1 a	12,7 a	17,5 a	12,4 a
25	10,2	9,0	2,6	3,5	15,5 a	3,4	2,3	33,6 a	13,9 a	18,9 a	12,7 a
30	10,0	10,1	2,9	3,9	16,8 a	3,1	2,2	30,7 a	13,7 a	18,5 a	15,0 a
35	8,7 b	7,8	2,6	4,6	15,1 a	3,6	3,4	27,9 a	12,0	18,0 a	11,7

Médias seguidas de letras minúsculas diferentes na coluna indicam que os extratores diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ), considerando a mesma amostra e a mesma velocidade de agitação; a mesma amostra e o mesmo tempo de extração; e a mesma amostra e a mesma temperatura.

com o P presente no solo não é permanente, pois quando o tempo de repouso foi de 24 h, a capacidade extrativa do M-3 diminuiu e ficou próxima à do M-1. Possivelmente, com maior tempo de contato, o P em solução poderá, novamente, ser readsorvido pelo

solo. Isso pode ser observado, mais evidentemente, nos solos PSMI 2/A, PSMI 3/A e PSMI 3/M, que apresentaram os maiores teores de óxidos de Fe extraídos com oxalato (Quadro 1). O Fe extraído por esse método representa os teores de óxidos de



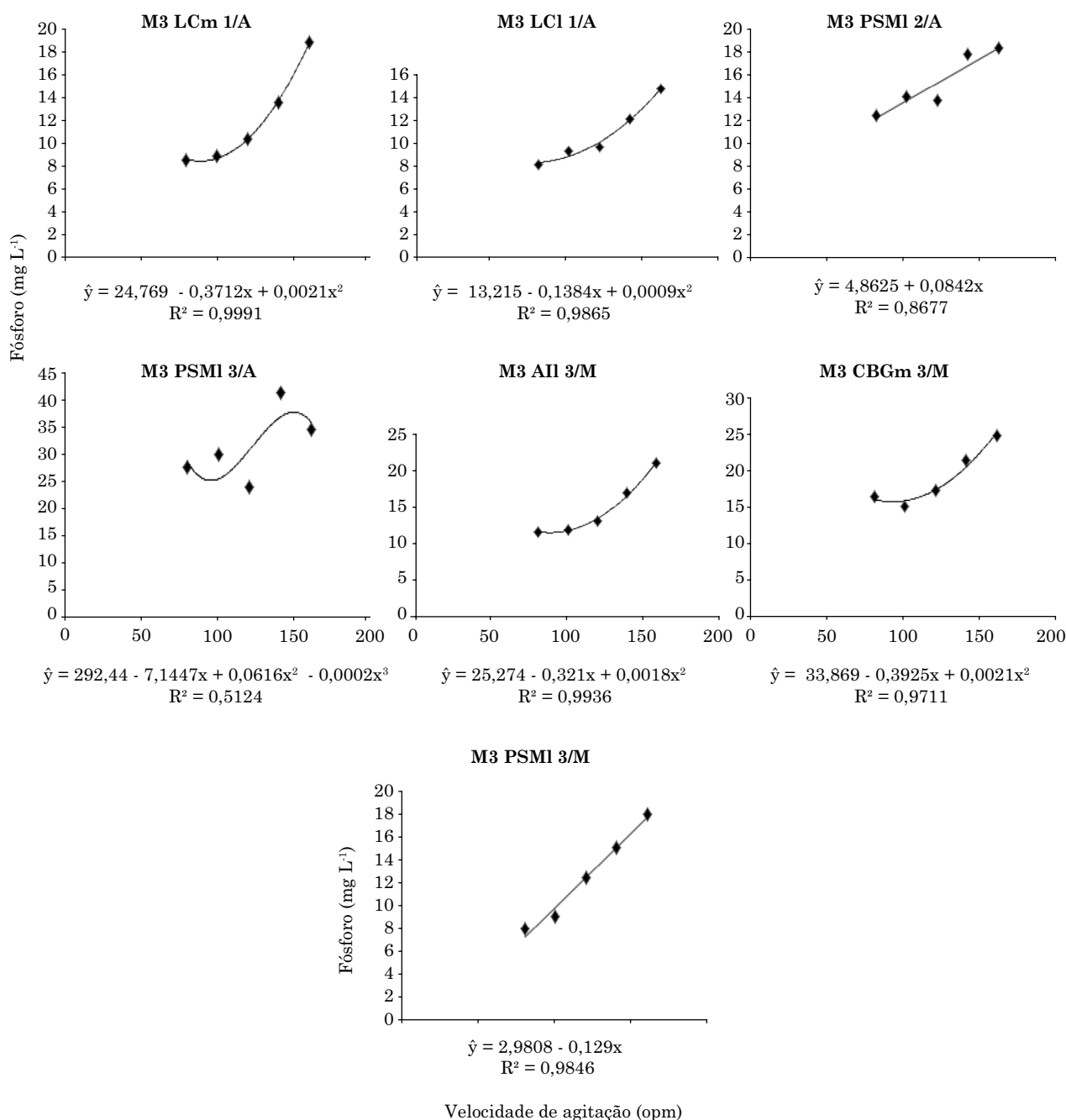
**Figura 1. Quantidade de fósforo extraída pelo extrator Mehlich-1 (M1) em função da velocidade de agitação, em oscilações por minuto (opm), em amostras de solo com diferentes classes texturais e níveis de suficiência de fósforo.**

Fe mal-cristalizados do solo, que possuem maior capacidade de adsorção de P (Rolim et al., 2004; Cessa et al., 2009).

Assim, a variável tempo de contato apresentou uma relação direta negativa para as quantidades de P extraídas pelo M-3, diferindo do comportamento do M-1. Aparentemente, o extrator M-3 é mais sensível ao tempo de contato entre a solução extratora e o solo do que o M-1; e um tempo de contato maior entre solução extratora de M-3 e a amostra no momento da extração pode subestimar os resultados analíticos.

### Temperatura

A interação entre os fatores (métodos de extração × temperaturas × tipos de solos) foi significativa a 5 %. A influência da temperatura na quantidade de P extraída entre extratores M-1 e M-3 é apresentada no quadro 3. Para os solos LFWc 1/B; LBVm 1/B; NFWc 2/MB; e NFWm 2/MB, com classe textural 1 (>600 g dm<sup>-3</sup> de argila) e classe 2 (410 a 600 g dm<sup>-3</sup> de argila), e teores de P baixo e muito baixo, as quantidades de P extraídas pelos métodos praticamente não diferem em razão da menor ou maior temperatura ambiente do laboratório. Para os solos LCm 1/A e LCI



**Figura 2. Quantidade de fósforo extraída pelo extrator e Mehlich-3 (M3) em função do tempo de agitação da solução com a amostra de solo em amostras de solo com diferentes classes texturais e níveis de suficiência de fósforo.**

1/A, a quantidade de P extraída pelo M-1 foi menor que o M-3 na temperatura de 15 °C, não diferiu entre 20 e 30 °C e em 35 °C; a quantidade de P extraída pelo M-1 foi maior que as quantidades de P extraídas pelo M-3, no solo LCm 1/A. Para os demais solos, a quantidade de P extraída pelo M-3 foi maior que o M-1, independentemente da temperatura ambiente do laboratório.

As regressões para a quantidade de P extraída pelos extratores M-1 e M-3, em razão da temperatura, tiveram ajuste significativo ( $p < 0,05$ ) em 18 % dos casos para o M-1, enquanto para a solução de M-3 foi de 27 % (Figura 3). Nos extratos de M-1, houve ajuste significativo ( $p < 0,05$ ) para os solos LCl 1/A e PSMI 3/A. Para o PSMI 3/A, o modelo apresentou baixo coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,1071$ ).



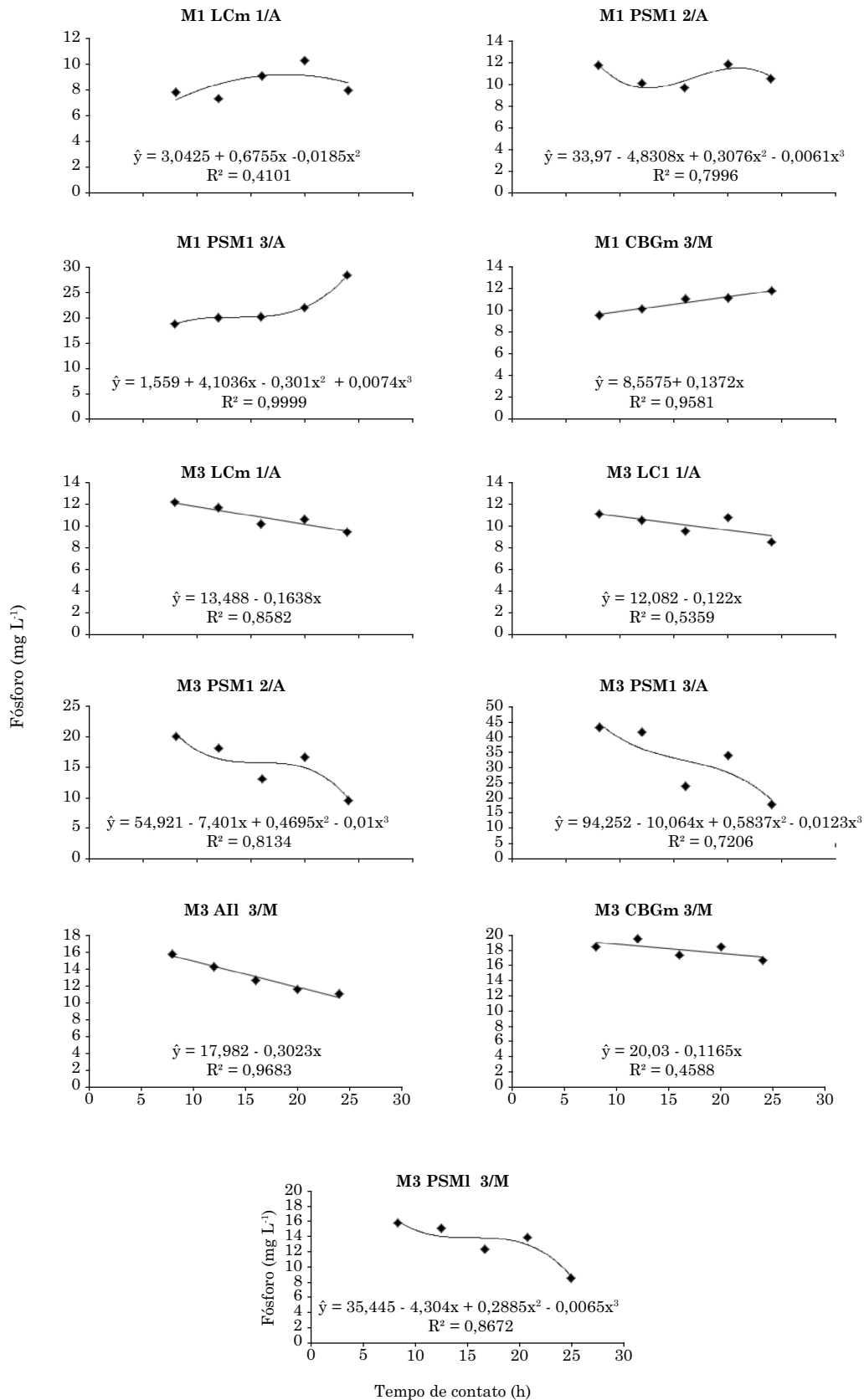


Figura 3. Quantidade de fósforo extraída pelos extractores Mehlich-1(M1) e Mehlich-3 (M3) em função do tempo de contato da solução com as amostras de solos com diferentes classes texturais e níveis de suficiência de fósforo.

Aparentemente, a quantidade de P extraída pelo M-1 não é influenciada pela variação da temperatura, pois a maioria dos solos não apresentou equações de ajuste, ficando em torno da média. Nos extratos do M-3, houve tendência de comportamento polinomial cúbico para os solos PSMI 2/A, PSMI 3/A e PSMI 3/M (Figura 3). Nesses extratos, variações na temperatura entre 15 e 20 °C causaram diminuição da quantidade de P extraída. Entretanto, com o aumento da temperatura até 25 e 30 °C, a quantidade de P extraída passou a aumentar. Porém, no momento em que a temperatura passou para 35 °C, a quantidade extraída voltou a diminuir. Os resultados discordam de Stone (1971) e Simonis

(1996), os quais estudando efeito da temperatura sobre a extração do P, verificaram que houve aumento na quantidade de P extraída com aumento da temperatura, embora os extratores utilizados pelos autores sejam outros.

Uma possibilidade a ser mais bem estudada está relacionada com a influência específica da temperatura da solução extratora e não do ambiente do laboratório, já que a diferença de condutividade térmica entre os materiais pode determinar que as reações de extração de P ocorressem em temperatura diferente daquela encontrada no ambiente, bem como explicar os resultados obtidos neste estudo.

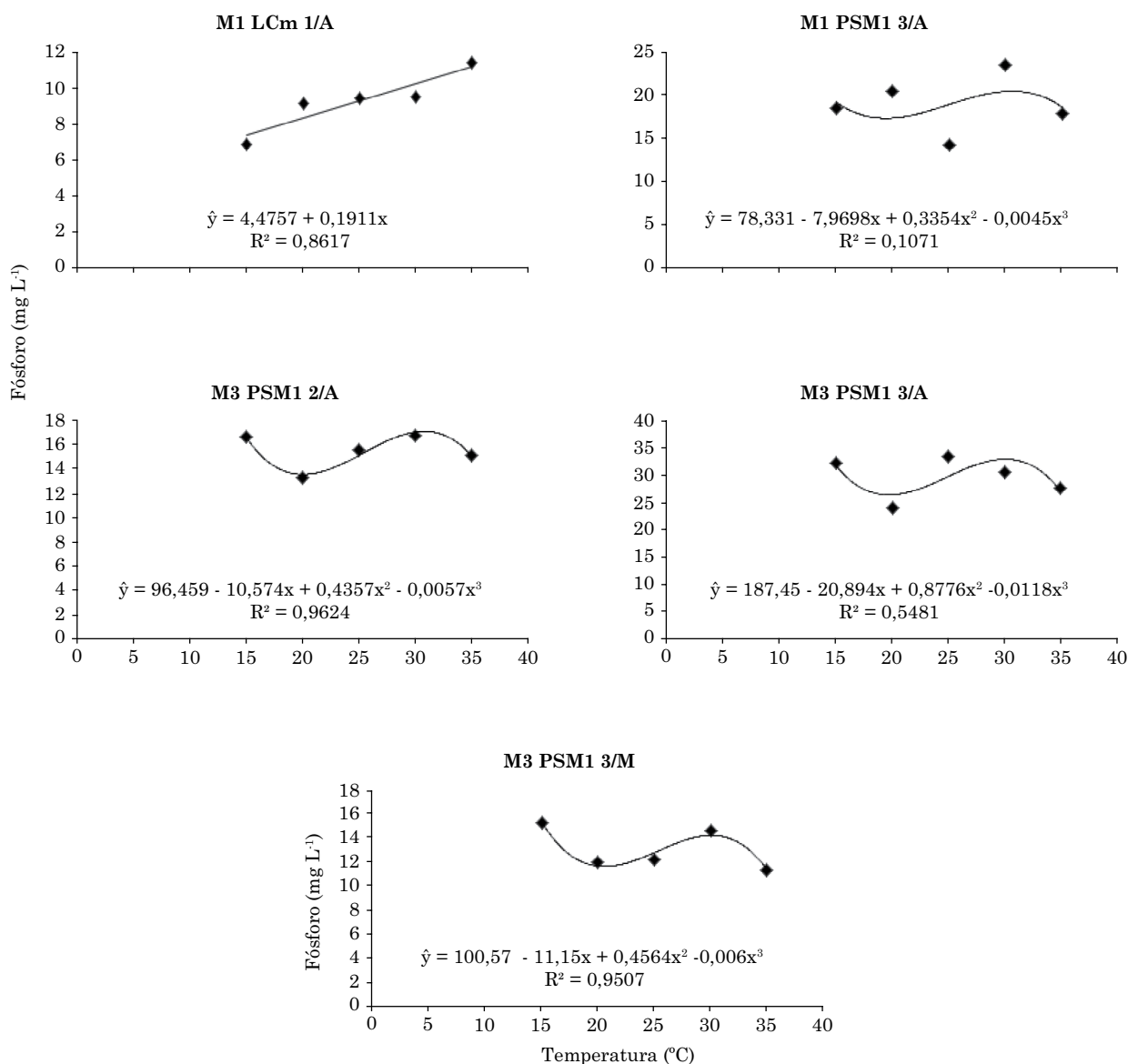


Figura 4. Quantidade de fósforo extraída pelos extratores Mehlich-1(M1) e Mehlich-3 (M3) em função da temperatura em cinco amostras de solos com diferentes classes texturais e níveis de suficiência de fósforo.

## CONCLUSÕES

As velocidades de agitação acima de 120 oscilações por minuto aumentam as quantidades de fósforo extraídas pelos extratores Mehlich-1 e Mehlich-3.

O tempo de repouso acima de 16 h interfere nas quantidades de fósforo extraídas pelos extratores Mehlich-1 e Mehlich-3.

A climatização dos laboratórios, entre 20 e 30 °C diminui a variabilidade causada pela temperatura.

## AGRADECIMENTOS

À FAPERGS, ao CNPq e à CAPES, pelo auxílio financeiro e pelas bolsas de Mestrado, Doutorado e Produtividade em Pesquisa dos autores.

## REFERÊNCIAS

- Barrow NJ, Shaw TC. Sodium bicarbonate as an extractant for soil phosphate, I. separation of the factor affecting the amount of phosphate displaced from soil from those affecting secondary adsorption. *Geoderma*. 1976;16:91-107.
- Bortolon L, Gianello C. Fósforo extraído pela solução de Mehlich-1 determinado por colorimetria e ICP em solos do sul do Brasil. *R Bras Ci Solo*. 2010;34:263-68.
- Bortolon L, Gianello C. Interpretação de resultados analíticos de fósforo pelos extratores Mehlich-1 e Mehlich-3 em solos do Rio Grande do Sul. *R Bras Ci Solo*. 2008;32:2751-56.
- Brasil EC, Muraoka T. Extratores de fósforo em solos da Amazônia tratados com fertilizantes fosfatados. *R Bras Ci Solo*. 1997;21:599-606.
- Cessa RMA, Celi L, Vitorino ACT, Novelino JO, Barberis E. Área superficial específica, porosidade da fração argila e adsorção de fósforo em dois Latossolos Vermelhos. *R Bras Ci Solo*. 2009;33:1153-62.
- Estela JM, Cerdà V. Flow analysis techniques for phosphorus: An overview. *Talanta*. 2005;66:307-31.
- Ferreira DF. SISVAR: Um programa para análises e ensino de estatística. *R Symposium*. 2008;6:36-41.
- Holanda JS, Brasil EC, Salviano AAC, Carvalho MCS, Rodrigues MRL, Malavolta E. Eficiência de extratores para um solo adubado com fosfatos e cultivado com arroz. *Sci Agric*. 1995;52:561-68.
- Huang L, Lili F, Chongwei J, Gerty G, Xianyong L, Hailong W, Yongsong Z. Effect of temperature on phosphorus sorption to sediments from shallow eutrophic lakes. *Ecol Eng*. 2011;37:1515-22.
- Machado VJ, Souza CHE, Andrade BB, Lana RMQ, Korndorfer GH. Curvas de disponibilidade de fósforo em solos com diferentes texturas após aplicação de doses crescentes de fosfato monoamônico. *Biosci J*. 2011;27:70-6.
- Mehlich A. Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH<sub>4</sub> by North Carolina soil testing laboratories. Raleigh: University of North Carolina; 1953.
- Mehlich A. Mehlich 3 soil test extractant: A modification of Mehlich 2 extractant. *Commun Soil Sci Plant Anal*. 1984;15:1409-16.
- Mehra OP, Jackson ML. Iron oxide removal from soils by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. *Clays Clays Miner*. 1960;7:317-27.
- Mellis EV, Rodella AA. Influência do tempo de agitação na adsorção de Cd, Cu, Ni e Zn em Latossolo tratado com lodo de esgoto. *Bragantia*. 2008;67:977-82.
- Pavinato OS, Rosolem CA. Disponibilidade de nutrientes no solo - decomposição e liberação de compostos orgânicos de resíduos vegetais. *R Bras Ci Solo*. 2008;32:911-20.
- Rheinheimer DS, Anghinoni I, Conte E, Kaminski J, Gatiboni LC. Dessorção de fósforo avaliada por extrações sucessivas em amostras de solo provenientes dos sistemas de plantio direto e convencional. *Ci Rural*. 2003;33:576-86.
- Rheinheimer DS, Gatiboni LC, Kaminski J. Fatores que afetam a disponibilidade do fósforo e o manejo da adubação fosfatada em solos sob sistema plantio direto. *Ci Rural*. 2008;38:576-86.
- Rolim FCN, Schaefer CEGR, Costa LM, Corrêa MM, Fernandes Filho EI, Ibraimo MM. Adsorção de fósforo, superfície específica e atributos mineralógicos em solos desenvolvidos de rochas vulcânicas do Alto Parnaíba (MG). *R Bras Ci Solo*. 2004;28:953-64.
- Sch lindwein JA. Calibração de métodos de determinação e estimativa de doses de fósforo e potássio em solos sob plantio direto [tese]. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2003.
- Sikora FJ, Howe PS, Hill LE, Reid DC, Harover DE. Comparison of colorimetric and ICP determination of phosphorus in Mehlich 3 soil extracts. *Commun Soil Sci Plant Anal*. 2005;36:875-87.
- Silva WM, Fabrício AC, Marchetti ME, Kurihara CH, Maeda S, Ernani LC. Eficiência de extratores de fósforo em dois Latossolos do Mato Grosso do Sul. *Pesq Agropec Bras*. 1999;34:2277-85.
- Simonis AD. Effect of temperature on extraction of phosphorus and potassium from soils by various extracting solutions. *Commun Soil Sci Plant Anal*. 1996;27:665-84.
- Stone B. Effect of temperature and shaking rate on sodium bicarbonate soluble phosphorus. *Can J Soil Sci*. 1971;51:312-13.
- Tedesco MJ, Gianello C, Anghinoni I, Bissani CA, Camargo FAO, Wiethölter S, editores. 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; 2004.
- Tedesco MJ, Gianello C, Bissani CA, Bohnen H, Volkweiss SJ. Análise de solo, plantas e outros materiais. 2ª ed. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 1995.