



XXXIII

Congresso Brasileiro de Ciência do Solo

Solos nos biomas brasileiros: sustentabilidade e mudanças climáticas
31 de julho à 05 de agosto - Center Convention - Uberlândia/Minas Gerais

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE CARBONO DA MATÉRIA ORGÂNICA PARTICULADA DE LATOSSOLO SOB CONSÓRCIO MILHO-FORRAGEIRA NO CERRADO

Thais Rodrigues Coser⁽¹⁾; Hermes Jannuzzi⁽¹⁾; Cícero Célio de Figueiredo⁽²⁾; Maria Lucrécia Gerosa Ramos⁽²⁾ Robélío Leandro Marchão⁽³⁾

⁽¹⁾ Estudante de pós-graduação; Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária; Universidade de Brasília, Campus Darcy Ribeiro, ICC-Sul, Asa Norte, Brasília – DF, CEP: 70.910-970, Caixa Postal: 04508; thacoser@gmail.com; ⁽²⁾ Professor(a); Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária; Universidade de Brasília, Campus Darcy Ribeiro, ICC-Sul, Asa Norte, Brasília – DF, CEP: 70.910-970, Caixa Postal 04508; ⁽³⁾ Pesquisador; Embrapa Cerrados; BR 020 Km 18, Planaltina, DF - Brasil - CEP 73310-970 Caixa Postal: 08223

Resumo – As alterações da matéria orgânica do solo podem ser melhor compreendidas quando esta é fracionada para a identificação de suas frações lábeis e estáveis. Diante da importância crescente do uso de técnicas de fracionamento físico da matéria orgânica do solo, torna-se necessário a compreensão da sua determinação realizada por diferentes métodos. O objetivo deste trabalho foi quantificar os teores de carbono em frações da matéria orgânica determinados por diferentes métodos, sob consórcio milho-forrageiras de um Latossolo Vermelho-Amarelo Distrófico. Foram determinados o carbono orgânico total do solo (COT), o carbono da matéria orgânica particulada (COP) e o carbono orgânico associado aos minerais (COM). Foram utilizados três métodos de determinação do carbono orgânico do solo: Walkley & Black modificado, Mebius modificado, e por combustão via seca, em analisador elementar de CHN. As amostras de solo foram coletadas na profundidade de 0-0,05 m. As frações da MOS (COP e COM) quando determinadas pelas metodologias de Walkley & Black, Mebius e por combustão por via seca apresentaram valores muito próximos, ao contrário do carbono orgânico total do solo.

Palavras-Chave: fracionamento; carbono orgânico; metodologias.

INTRODUÇÃO

Os métodos de fracionamento físico da matéria orgânica do solo (MOS) têm sido utilizados intensamente desde que observações foram feitas sobre a influência da localização da matéria orgânica no solo na reciclagem de nutrientes (Stevenson & Cole, 1999). Os métodos de fracionamento físico por granulometria baseiam-se no princípio da separação da MOS por peneiramento (Cambardella & Elliot, 1992). Diversos trabalhos têm sido realizados com esse tipo de fracionamento para a identificação de frações lábeis e estáveis da matéria orgânica (Bayer et al., 2004; Conceição et al., 2005; Figueiredo et al., 2010).

Diante da importância crescente do uso de técnicas de fracionamento físico granulométrico da MOS, torna-se necessário a compreensão da sua determinação realizada por diferentes métodos. Atualmente, existem diversos métodos para determinação do teor de carbono orgânico no solo, que se baseiam em princípios de combustão a seco e combustão úmida. O método por combustão via seca (analisador elementar – CHNS) é considerado padrão mundial, e é eficiente na determinação de carbono, pois converte todo o carbono em presença do oxigênio para CO₂ durante o processo de aquecimento (Skjemstad & Taylor, 1999). O método analítico Walkley & Black (1934) é um método de determinação da matéria orgânica do solo por oxidação de via úmida (Segnini et al., 2008). A metodologia de Mebius (1960) difere do Walkley & Black (1934), pelo aquecimento externo das amostras sob refluxo, que resulta em maior precisão na determinação do carbono orgânico total nos solos (Rheinheimer et al., 2008).

O objetivo deste trabalho foi avaliar os teores de carbono em frações da matéria orgânica determinados por três diferentes metodologias de análise.

MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho foi realizado utilizando-se amostras de solo coletadas em um experimento conduzido por um período de dois anos (2007/2008 e 2009/2010) em sistema de consórcio na Fazenda Água Limpa, campo experimental da Universidade de Brasília (DF). O solo da área de estudo é classificado como Latossolo Vermelho-Amarelo Distrófico típico (Embrapa, 2006).

Foram utilizadas amostras de solo de três sistemas de manejo dispostos em delineamento em blocos casualizados, com três repetições, totalizando nove parcelas. Cada parcela abrange uma área de 80 m², espaçadas 0,5 m uma da outra. Os sistemas de manejo foram: T1 – milho solteiro; T2 – milho consorciado com *Panicum maximum* (Cultivar Aruana); T3 – milho consorciado com *Brachiaria humidicola*.

As coletas de solo foram realizadas na floração do milho, no segundo ano de instalação do experimento (safra

2009/2010). O solo foi amostrado manualmente em todas as parcelas, na profundidade de 0-0,05 m.

O fracionamento físico da matéria orgânica foi realizado separando-se as seguintes frações: carbono da matéria orgânica particulada (COP) e carbono da matéria orgânica associada a minerais (COM), de acordo com metodologia descrita por Cambardella & Elliot (1992), com adaptações no peso da amostra utilizada, conforme Bayer et al. (2004) e Bongiovanni & Lobartini (2006). As amostras de solo foram passadas em peneira de 8 mm, e após secagem ao ar, foram passadas em peneiras de 2 mm. Aproximadamente 20 g de solo foram colocados em frascos de vidro com 70 ml de hexametáfosfato de sódio na concentração de 5 g L⁻¹ e agitadas por 15 horas em agitador horizontal a 190 oscilações por minuto. A seguir, a suspensão foi passada em peneira de 53 µm com auxílio de jato leve de água. O material retido na peneira, que consiste da matéria orgânica particulada, foi seco em estufa a 60 °C, pesado, moído em gral de porcelana e analisado para determinação do carbono orgânico particulado (COP).

Uma alíquota da amostra de solo passada em peneira de 2 mm foi moída em gral de porcelana e posteriormente utilizada para a análise do carbono orgânico total (COT). O carbono da matéria orgânica associada a minerais (COM) foi calculado pela diferença entre o teor de COT e COP.

Foram utilizados três métodos de determinação do carbono orgânico do solo: Walkley & Black modificado (Nelson & Sommers, 1982; Oliveira et al., 2000), Mebius (1960) modificado, e por combustão via seca, em analisador elementar de CHN.

Para a metodologia de determinação por Walkley & Black, inicialmente pesaram-se em triplicata 0,5 g de solo. Em seguida, o solo foi transferido para um frasco de erlenmeyer de 500 mL. Adicionaram-se 10 mL de K₂Cr₂O₇ 1N e, logo após, 20 mL de H₂SO₄ concentrado. As amostras foram agitadas por, aproximadamente, um minuto e mantidas em repouso por 30 minutos. Adicionaram-se 200 mL de água destilada, 10 mL de H₃PO₄ concentrado e 1 mL do indicador difenilamina e foi feita a titulação com (NH₄)₂SO₄FeSO₄·10H₂O 0,5N até a passagem da cor violeta para verde, quando o excesso de dicromato é totalmente consumido pela reação. Fez-se o mesmo procedimento para a prova em branco.

Para a determinação do carbono orgânico por Mebius modificado, utilizou-se o mesmo procedimento que a metodologia de Walkley & Black modificado descrita acima, porém com aquecimento externo da mistura de solo com K₂Cr₂O₇ e H₂SO₄. Após a adição de K₂Cr₂O₇ a 1N e H₂SO₄ concentrado, os frascos foram colocados em cima de chapas pré-aquecidas a 70°C e encaixados pela parte superior em condensadores. A mistura foi deixada sob aquecimento por 30 minutos, sob refluxo.

Para as análises de carbono orgânico total e particulado realizadas por combustão via seca, utilizou-se um analisador elementar de CHN (modelo PE 2400, Série II CHNS/O, PerkinElmer, Norwalk, USA), da Embrapa Cerrados.

Análise estatística

Para a comparação das metodologias de determinação de carbono, foi usado o delineamento estatístico inteiramente casualizado, com três repetições. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as comparações entre as médias foram realizadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o programa estatístico SISVAR 5.3 (Ferreira, 2003).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores da tabela 1 representam os efeitos das três metodologias de determinação de carbono orgânico nos teores de COT, COP, COM e nas relações COP/COT e COM/COT.

O método Walkley & Black, comparado aos demais, apresentou teores inferiores de COT, conforme pode ser observado na tabela 1. Assim como em outros trabalhos (Soon & Abboud, 1991; Silva et al., 1999; De Vos et al., 2007; Krishan et al., 2009), este experimento mostrou que o método Walkley & Black subestima valores de COT.

As determinações de COT pelo analisador elementar e por Mebius recuperaram 23,46% e 21,12% de carbono orgânico total a mais em comparação com o método de Walkley & Black no sistema de manejo Milho/Braquiária, respectivamente. Trabalho desenvolvido com solos de textura média e argilosa do Himalaia e da Índia (Krishan et al., 2009) mostrou que o método Walkley & Black subestimou em média 58% e 49% os valores de COT em comparação com metodologia de combustão seca, respectivamente. Percentagens mais altas encontradas no trabalho citado podem estar associadas à profundidade de amostragem que alcançou um metro, o que conseqüentemente proporcionou maior proteção coloidal à matéria orgânica do solo.

O método Walkley & Black mostra-se com baixa capacidade de oxidar formas de carbono mais recalcitrantes/estáveis. Em experimento de Silva et al. (1999) o método de Walkley & Black subestimou em 26% o COT em comparação com o método do analisador elementar. Apesar de Rheinheimer et al. (2008) mostrarem que os valores de carbono orgânico total pelo método Mebius, adaptado para bloco de digestão, não diferiram significativamente daqueles obtidos pelo método Walkley & Black, os autores observaram que aquele método apresentou tendência de maior precisão em relação ao método Walkley & Black.

Os valores de COT foram significativamente similares quando determinados pelo analisador elementar e pela metodologia de Mebius. Rheinheimer et al. (2008) observaram altas correlações entre a metodologia de Mebius e a combustão seca, apesar daquele subestimar os valores de carbono orgânico total no solo.

Observou-se que os valores de COP não diferiram entre os métodos de determinação de carbono orgânico nos sistemas de Milho Solteiro e Milho/Brachiaria, mostrando que quando esta fração é determinada pelas metodologias avaliadas apresenta valores muito próximos, ao contrário do carbono orgânico total do solo. Estes resultados mostram que por se tratar de uma fração mais lábil da

matéria orgânica (Baldock & Nelson, 2000), esta consegue ser recuperada pela oxidação proporcionada pelo método de Walkley & Black, e apresentar resultados semelhantes ao método considerado padrão mundial, combustão por via seca. Sabe-se que apenas entre 60 a 86% do carbono orgânico do solo é oxidado pelo método de Walkley & Black (Walkley & Black, 1934) e que um fator médio de correção de 1,32 é necessário para obter valores reais de carbono orgânico do solo. Contudo, em nenhum momento houve a aplicação deste fator de correção nos valores de carbono orgânico obtido neste estudo.

O mesmo padrão do COP foi observado para a fração da matéria orgânica associada aos minerais, onde os valores de COM foram similares nas três metodologias para os sistemas de manejo com Milho Solteiro e Milho/Braquiária. Observa-se, ainda, na tabela 1, que as percentagens das relações COP:COT e COM:COT não diferiram entre as três metodologias adotadas nos três sistemas de manejo.

Portanto, diante da importância de se determinar os compartimentos do COT para estudos que avaliem mudanças na dinâmica da matéria orgânica do solo em sistemas de manejo, observa-se que estas frações (COP e COM) podem ser avaliadas pelas três metodologias adotadas neste estudo, sem que seja necessário adotar qualquer fator de correção.

CONCLUSÕES

1. As frações de COP e COM quando determinadas pelas metodologias de Walkley & Black, Mebius e por oxidação por via seca apresentam valores muito próximos, ao contrário do COT do solo.

AGRADECIMENTOS

À FAPDF pelo financiamento da pesquisa.

REFERÊNCIAS

- BALDOCK, J. A.; NELSON, P. N. Soil organic matter. In: SUMNER, M. E. (Ed.). **Handbook of soil science**. Boca Raton: CRC Press, 2000. p. 25-84.
- BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUK, J.; PAVINATO, A. Armazenamento de carbono em frações lábeis da matéria orgânica de um Latossolo Vermelho sob plantio direto. *Pes. Agropec. Bras.* 39: 677 – 683, 2004.
- BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUK, J.; PAVINATO, A. Armazenamento de carbono em frações lábeis da matéria orgânica de um Latossolo Vermelho sob plantio direto. *Pes. Agropec. Bras.* 39: 677 – 683, 2004.
- BONGIOVANNI, M.D. & LOBARTINI, J.C. Particulate organic matter, carbohydrate, humic acid contents in soil macro- and microaggregates as affected by cultivation. *Geoderma*, 136:660–665, 2006.
- CAMBARDELLA, C. A.; ELLIOTT, E. T. Particulate soil organic-matter changes across a grassland cultivation sequence. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 56: 777-783, 1992.
- CONCEIÇÃO, P. C.; AMADO, T. J. C.; MIELNICZUK, J.; SPAGNOLLO, E. Qualidade do solo em sistemas de manejo avaliada pela dinâmica da matéria orgânica e atributos relacionados. *R. Bras. Ci. Solo*, 29:777-788, 2005.
- De Vos, B.; LETTENS, S.; MUYS, B.; DECKERS, J. A. Walkley– Black analysis of forest soil organic carbon: recovery, limitations and uncertainty. *Soil Use Manage.*, 2007, **23**, 221–229.
- EMBRAPA. Centro Nacional e Pesquisa em Solos. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Brasília: Embrapa-SPI; Rio de Janeiro: Embrapa-Solos, 2006. 306 p.
- FIGUEIREDO, C. C.; RESCK, D. V. S. & CARNEIRO, M. A. C. Labile and stable fractions of soil organic matter under management systems and native cerrado. *R. Bras. Ci. Solo*, 34:907-916, 2010.
- KRISHAN, G.; SRIVASTAV, S. K.; KUMAR, S.; SAHA, S. K.; DADHWAL, V. K. Quantifying the underestimation of soil organic carbon by the Walkley and Black technique – examples from Himalayan and Central Indian soils. *Current Science*, Vol. 96, N. 8, 25 April 2009.
- MEBIUS L. J. A rapid method for the determination of organic carbon in soil. *Anal Chim. Acta*. 22:120-124, 1960.
- NELSON, D.W.; SOMMERsS, L.E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: Page, A.L.; Miller, R.H.; Keeney, D.R.(ed.) *Methods of soil analysis – chemical and microbiological properties*. Part 2, 2 ed. Madison: American Society of Agronomy e Soil Science Society of America, 29: 539-579.1982.
- OLIVEIRA, S.A.; MESQUITA FILHO, M.V.; SOUZA, A.F.; FONTES, R.R. Análises químicas de solo e de calcário para fins de fertilidade do solo. Brasília: Ed. Universidade de Brasília, 2000. 31p.
- RHEINHEIMER, D. S.; CAMPOS, B. C.; GIACOMINI, S. J.; CONCEIÇÃO, P. C.; BORTOLUZZI, C. Comparação de métodos de determinação de carbono orgânico total no solo. *R. Bras. Ci. Solo*, 32: 435-440, 2008.
- SEGNINI, A.; SANTOS, L. M.; SILVA, W. T. L.; MARTIN-NETO, L.; BORATO, C. E.; MELO, W. J.; BOLONHEZI, D. Estudo comparativo de métodos para a determinação da concentração de carbono em solos com altos teores de Fe (Latossolos). *Quím. Nova* vol.31 n°. 1, São Paulo, 2008.
- SILVA, A. C.; TORRADO, P. V.; ABREU JUNIOR, J. S. Métodos de quantificação da matéria orgânica do solo. *R. Um.*, 5:21-26, 1999.
- SKEJSTAD, J.D.; TAYLOR, J.A. Does the Walkley-Black methods determine soil charcoal? **Communications Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.30, p.2299-2310, 1999.
- SOON, Y. K.; ABOUD, S. A comparison of some methods for soil organic carbon determination. **Communications and Soil Science and Plant Analysis**, Athens, v.22, p.943-954, 1991.
- STEVENSON, F. J.; COLE, M. A. Cycles of soils: carbon, nitrogen, phosphorus, sulfur, micronutrients. 2. ed. New York: J. Wiley, 1999. 427 p.
- WALKLEY, A. & BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Sci.*, 37:29-38, 1934.

Tabela 1. Teores de carbono orgânico (g.kg^{-1} solo) de solos avaliados por três metodologias e oriundos de três sistemas de manejo⁽¹⁾

Manejo	Método		
	Walkley & Black	Mebius	CHN
	COT (g.kg^{-1} solo)		
Milho Solteiro	20,66b	25,28ab	26,28a
Milho/Aruana	19,41a	24,34a	24,49a
Milho/Braquiária	19,09b	24,20a	24,94a
	COP (g.kg^{-1} solo)		
Milho Solteiro	6,19a	6,69a	7,49a
Milho/Aruana	8,46b	9,92ab	10,90a
Milho/Braquiária	7,91a	9,47a	9,33a
	COP/COT (%)		
Milho Solteiro	29,89a	26,70a	28,41a
Milho/Aruana	43,79a	41,18a	45,41a
Milho/Braquiária	41,49a	39,05a	37,40a
	COM (g.kg^{-1} solo)		
Milho Solteiro	14,47a	18,59a	18,79a
Milho/Aruana	10,95a	14,42a	13,59a
Milho/Braquiária	11,18b	14,73a	15,62a
	COM/COT (%)		
Milho Solteiro	70,11a	73,30a	71,59a
Milho/Aruana	56,21a	58,82a	54,59a
Milho/Braquiária	58,51a	60,95a	62,60a

⁽¹⁾Médias seguidas pela mesma letra minúscula nas linhas (comparação entre manejos), não diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade.