

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA GRANDE DOURADOS
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRARIAS**

**MÉTODOS PARA A DETERMINAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO
EM SOLOS**

**JOÃO PEDRO PARISOTTO CARVALHO MARQUES
NELSON VIEIRA DOS SANTOS JÚNIOR**

**DOURADOS
MATO GROSSO DO SUL
2023**

MÉTODOS PARA A DETERMINAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO EM SOLOS

Nelson Vieira dos Santos Júnior
João Pedro Parisotto Carvalho Marques

Orientadora: Prof.^a. Dr.^a. Alessandra Mayumi Tokura Alovisi

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal da Grande Dourados, como
parte dos requisitos para obtenção do título de
Engenheiro Agrônomo.

Dourados
Mato Grosso do Sul
2023

MARQUES, J. P. P. C.

SANTOS JÚNIOR, N. V. dos.

Métodos para a determinação de carbono orgânico em solo

Dourados, MS:UFGD,2023.

18 p.

Monografia(Graduação)-Agronomia- Universidade Federal da Grande Dourados,2023

Prof.^a. Dr.^a. Alessandra Mayumi Tokura Alovizi

1. Matéria orgânica do solo. 2. Yeamans e Bremner. 3. Walkley e Black 4. Muflo

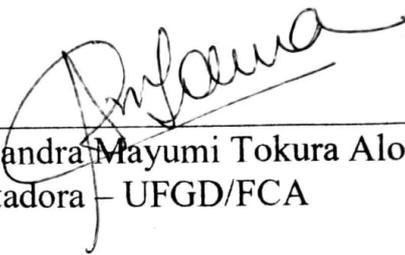
MÉTODOS PARA A DETERMINAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO EM SOLOS

Por

Nelson Vieira dos Santos Júnior
João Pedro Parisotto Carvalho Marques

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos exigidos para
obtenção do título de ENGENHEIRO AGRÔNOMO

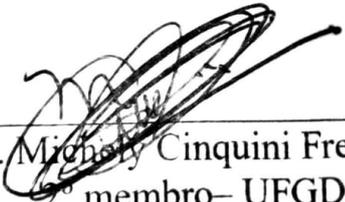
Aprovado em:



Prof.^a. Dr.^a. Alessandra Mayumi Tokura Alovise
Orientadora – UFGD/FCA



Prof.^a. Dr.^a. Aline Baptista Borelli
1º membro- UNIGRAN



Me. Michelly Cinquini Freire da Silva
2º membro – UFGD/FCA

AGRADECIMENTOS

A realização deste trabalho de conclusão de curso não seria possível sem a ajuda de diversas pessoas e instituições que contribuíram de maneira significativa para a sua realização. Gostaria, primeiramente, de agradecer a Deus por toda força e saúde que nos deu para enfrentar os desafios, agradecer também a nossa orientadora, Prof.^a Dr.^a Alessandra Mayumi Tokura Alovisei, pela paciência, disponibilidade, e valiosas sugestões que fizeram toda a diferença na elaboração deste trabalho.

Gostaria de agradecer as nossas famílias e amigos por todo o incentivo e apoio durante toda a minha jornada acadêmica. Em especial, agradecemos a nossos pais, por serem a nossa maior inspiração e por sempre acreditarem em nós.

SANTOS JÚNIOR, N. V. dos; MARQUES, J. P. P. C. 2023. **Métodos de determinação de carbono orgânico no solo**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Agronomia) - Faculdade de Ciências Agrárias, Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados, 2023.

RESUMO

A matéria orgânica do solo (MOS) é oriunda em sua maior parte de organismos vegetais, cuja taxa de decomposição é variável em função das diferentes espécies vegetais que se distinguem entre si. Existem vários métodos para se determinar o carbono em amostras de solo, entretanto, é imprescindível aprimorar e adaptar os métodos de determinação de carbono, para reduzir os custos e o descarte desnecessário de resíduos químicos. Neste sentido, o presente trabalho objetivou comparar três métodos de determinação de carbono orgânico em Argissolo Vermelho Amarelo submetido a diferentes manejos. As amostras de solo foram coletadas no município de Guarantã, São Paulo, com textura arenosa, na profundidade de 0-20 cm. Foram coletadas três amostras compostas, sendo uma amostra composta a junção de dez amostras simples. As análises de determinação de matéria orgânica foram feitas no laboratório de análise de solo da Universidade Federal da Grande Dourados (UFGD). Os teores de carbono no solo foram determinados pelos métodos de combustão úmida - titulação e espectrofotômetro, e combustão seca - mufla. Os dados foram submetidos à análise de variância e posteriormente ao Teste de Tukey ($p \leq 0.10$). Os teores de CO obtidos pelos três métodos não correlacionaram-se entre si nas diferentes áreas estudadas. Os métodos da mufla e do espectrofotômetro tenderam a superestimar os teores de CO em relação ao método de referência (titulação). O fator de recuperação dos métodos varia com as áreas estudadas.

Palavras-Chave: matéria orgânica, combustão seca; Walkley-Black modificado, Argissolo vermelho-amarelo

ABSTRACT

Soil organic matter (SOM) comes mostly from plant organisms, whose rate of decomposition is variable depending on the different plant species that differ from each other. There are several methods to determine carbon in soil samples, however, it is essential to improve and adapt the methods of carbon determination, to reduce costs and unnecessary disposal of chemical waste. In this sense, the present work aimed to compare three methods of determination of organic carbon in Red Yellow Argisol submitted to different managements. Soil samples were collected in the municipality of Guarantã, São Paulo, with sandy texture, at a depth of 0-20 cm. Three composite samples were collected, with a composite sample being the combination of ten simple samples. Soil carbon contents were determined by wet combustion methods - titration and spectrophotometer, and dry combustion - muffle. Data were submitted to analysis of variance and subsequently to Tukey's test ($p \leq 0.10$). The CO levels obtained by the three methods did not correlate with each other in the different studied areas. The muffle and spectrophotometer methods tended to overestimate the CO contents in relation to the reference method (titration). The recovery factor of the methods varies with the areas studied.

Keywords: carbon analyzer; dry combustion; Modified Walkley-Black, red-yellow argisol

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1 INTRODUÇÃO | 9 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 11 |
| 2.1 Carbono Orgânico do Solo (COS) | 11 |
| 2.2 Determinação de Carbono Orgânico no Solo | 12 |
| 2.2.1 Método de Walkley e Black (WB) | 12 |
| 2.2.2 Método de Yeomans e Bremner (1988) | 12 |
| 2.2.3 Método da Mufla. | 13 |
| 3 MATERIAL E MÉTODOS | 14 |
| 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO | 17 |
| 5 CONCLUSÃO | 19 |
| 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 19 |

1 INTRODUÇÃO

A avaliação da matéria orgânica no solo é de extrema importância para a compreensão de sua fertilidade e saúde. Na constituição da matéria orgânica, o carbono apresenta predominância (cerca de 58%), e portanto, a determinação do carbono orgânico total tem sido utilizada para estimar quantitativamente a fração orgânica do solo (NELSON e SOMMERS, 1996).

Diversas técnicas têm sido desenvolvidas e aprimoradas ao longo dos anos para avaliar a quantidade e qualidade da matéria orgânica no solo. Como disse o pesquisador Alfred Hartemink, "a matéria orgânica do solo é à base da fertilidade do solo e é a chave para a sustentabilidade da produção agrícola" (HARTEMINK, 2006). Portanto, a escolha da técnica adequada para avaliar a matéria orgânica no solo pode ter um impacto significativo no manejo e na produtividade agrícola.

Outro pesquisador renomado, Johannes Lehmann, destaca a importância de considerar não apenas a quantidade, mas também a qualidade da matéria orgânica no solo: "a qualidade da matéria orgânica do solo é tão importante quanto sua quantidade para o ciclo dos nutrientes e a produtividade do solo" (LEHMANN et al., 2011). Assim, é fundamental escolher uma técnica de avaliação que permita não apenas quantificar a quantidade de matéria orgânica no solo, mas também sua qualidade.

Diferentes procedimentos analíticos foram desenvolvidos e têm sido empregados para determinar o teor carbono no solo, desde aquelas baseadas na dicromatometria e suas variações, até as automatizadas que empregam a combustão a seco.

Apesar do crescente uso de métodos automatizados, os laboratórios de análises de solos usualmente empregam métodos analíticos baseados na oxidação das formas de carbono por dicromato, com variadas adaptações, ou ainda métodos gravimétricos que são baseados na perda de massa por ignição. Os métodos automatizados, apesar de consolidados em países desenvolvidos, são limitados a laboratórios de órgãos de pesquisa e universidades brasileiras e precisam ainda ser testados para uma ampla variedade de solos e históricos de uso. Além disso, os métodos automatizados possuem custo elevado de análise e de manutenção dos equipamentos, daí a necessidade de utilizar rotinas analíticas que sejam de baixo custo na execução e que possam ser executadas na maioria dos laboratórios, sendo exemplos desses protocolos os métodos da mufla e de Walkley-Black modificado.

Neste contexto, este trabalho de conclusão de curso tem como objetivo avaliar diferentes procedimentos analíticos empregados na determinação do carbono orgânico em solo de textura arenosa.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Carbono Orgânico do Solo

O carbono orgânico do solo (COS) é um componente importante do ciclo global do carbono, tendo grande impacto sobre a qualidade do solo, a produtividade agrícola, a segurança alimentar e a mitigação das mudanças climáticas (ESCOSTEGUY, 2002).

O COS é composto por resíduos vegetais e animais que se decompõem no solo, e é considerado um indicador da qualidade do solo (CARMO e SILVA, 2012). A quantidade e qualidade do COS dependem de diversos fatores, como disponibilidade de nutrientes, pH, umidade, temperatura, textura do solo e práticas agrícolas. Estudos mostram que o manejo do solo pode afetar significativamente o estoque de COS, com práticas de manejo conservacionistas, como plantio direto e rotação de culturas, aumentando o teor de COS (SEGNINI et al., 2008)

O COS tem um papel importante na mitigação das mudanças climáticas, pois funciona como um sumidouro de carbono. Estima-se que os solos do mundo armazenem três vezes mais carbono do que a atmosfera e seis vezes mais do que a vegetação. No entanto, a perda de COS do solo por meio de práticas de manejo controlado, como o uso intensivo de agroquímicos, o desmatamento e a sobra de resíduos agrícolas, pode contribuir para a emissão de gases de efeito estufa e para o aumento do aquecimento global (ESCOSTEGUY, 2002).

Recentemente, diversas técnicas têm sido utilizadas para medir o estoque de COS no solo, como análises químicas, espectroscopia de infravermelho próximo, espectroscopia de ressonância magnética nuclear e tomografia computadorizada. Além disso, modelos matemáticos foram integrados para prever o estoque de COS em diferentes regiões do mundo e em diferentes cenários de mudanças climáticas (SAMPAIO et. al., 2012).

Em resumo, o COS é um componente crítico do solo que desempenha um papel importante na qualidade do solo, produtividade agrícola e mitigação das mudanças climáticas. Práticas de manejo conservacionistas podem ajudar a aumentar o estoque de COS no solo, enquanto técnicas avançadas de medição e modelagem podem fornecer

informações valiosas sobre a dinâmica do COS em diferentes regiões do mundo (SEGNINI et al., 2008).

O Argissolo Vermelho-Amarelo é um tipo de solo com coloração característica vermelho-amarela, de perfil bem desenvolvido, geralmente com horizontes A, B e C. Possui acidez moderada, requerendo correção com calcário, e sua textura varia de argilosa a arenosa, influenciando a retenção de água e nutrientes. Apesar da fertilidade natural variável, com manejo adequado, pode ser produtivo para diversas culturas, como soja e cana-de-açúcar. Sua estrutura bem definida confere resistência à erosão, sendo encontrado em várias regiões do Brasil, como o Cerrado, a Amazônia e o Sul do país, desempenhando um papel importante na agricultura e na conservação do solo. (Santos et al., 2018)

2.2 Determinação de Carbono Orgânico no Solo

Os procedimentos analíticos para determinação do C total do solo recuperam todas as formas de CO a partir da conversão destas para CO₂ por combustão seca ou úmida, em seguida determina-se o CO₂ extraído empregando-se diferentes métodos, tais como a gravimétrica, titulométrica, volumétrica, colorimétrica, espectrofotométrica ou cromatográfica (SILVA et al., 1999; GUERRA e SANTOS, 2008).

2.2.1 Método de Walkley e Black (WB)

O Método de Walkley e Black (WB) é uma técnica analítica para determinar o teor de carbono orgânico do solo. O método foi desenvolvido pelos químicos ingleses A. Walkley e IA Black em 1934 e tem sido amplamente utilizado desde então.

Princípios básicos: O método WB é baseado na transmissão do carbono orgânico presente no solo a partir da reação com ácido dicromato de potássio em meio ácido. O processo de transmissão resulta na formação de Cr (III) a partir de Cr (VI) não apresenta ácido dicromato, que pode ser determinado espectrofotometricamente. O teor de carbono orgânico do solo é calculado a partir da quantidade de Cr (VI) que foi reduzida na reação de emissão.

Procedimentos analíticos: O procedimento orientado para o carbono orgânico do solo pelo método WB envolve a adição de solução ácida de dicromato de potássio (K₂Cr₂O₇) ao solo e aquecimento em banho-maria. Após a emissão do carbono orgânico, a solução é resfriada e titulada com solução de sulfato ferroso amoniacal (FeSO₄(NH₄)₂SO₄) para experimentar o excesso de dicromato não utilizado. Em seguida,

a solução é acidificada com ácido sulfúrico (H_2SO_4) e aquecida para redução do Cr (VI) a Cr (III). O Cr (III) resultante é determinado espectrofotometricamente a um determinado comprimento de onda.

2.2.2 Método colorimétrico - Walkley e Black adaptado

Método alternativo para se determinar diretamente a quantidade de íons Cr^{3+} , por meio da leitura colorimétrica da intensidade da cor esverdeada produzida por esses íons em solução. Nesse método, o procedimento ocorre da mesma forma que na oxidação por dicromato de K, porém a determinação final do CO é feita por espectrofotometria e não por titulação (SATO, 2013).

A colorimetria também difere do método Walkley e Black modificado, por utilizar o dicromato de sódio ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) no lugar do dicromato de potássio, devido a maior solubilidade do primeiro. Além disso, a oxidação da Mo é feita a frio, apenas agitando-se o solo em uma solução contendo dicromato de sódio e ácido sulfúrico, ou seja, não se faz uso de uma fonte externa de calor.

Sato (2013) em seus estudos de determinação do CO em solos do Cerrado, verificou que o método colorimétrico apresenta elevada eficiência na determinação de C, apresentando elevado coeficiente de determinação e valores próximos ao método Walkley e Black.

2.2.3 Método de Yeomans e Bremner (1988)

O artigo publicado pelos autores Yeomans e Bremner em 1988 apresentou o método de emissão por combustão seca para a fonte do teor de carbono orgânico no solo. O método foi desenvolvido para ser mais rápido e preciso que o método de Walkley e Black, sendo capaz de medir pequenas variações no teor de carbono orgânico do solo. Os autores admiraram que o método de emissão por combustão seca apresentou resultados semelhantes aos do método de Walkley e Black, com a vantagem de ser mais rápido e fácil de executar.

O método de Yeomans e Bremner (1988) é uma variação do método de Walkley-Black e baseia-se na redução do dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) por compostos de carbono orgânico e na subsequente determinação do $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ remanescente por titulação do excesso de cromo com sulfato ferroso amoniacal (CANTARELLA et al., 2001). Esse método é o mais empregado em laboratórios que analisam C em solos, porém apresenta problemas analíticos e ambientais, em razão da utilização do cromo (SEGNINI et al., 2008).

2.2.4 Método da Mufla

O método da mufla consiste na determinação gravimétrica do CO₂ evoluído e, por conseguinte, na perda de massa de resíduo submetido à alta temperatura por certo intervalo de tempo; na determinação da MO, considera-se, assim, a diferença de peso inicial (amostras secas a 105°C) e de peso computado após a incineração da amostra a 550-600 °C (SUGUIO, 1973).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Amostras de solo

As amostras de solo foram coletadas em Guarantã, município de São Paulo, no assentamento Antônio Conselheiro, em três áreas de manejos diferentes, cada amostra foi composta por 10 (dez) amostras simples, retiradas na profundidade de 0 a 20 centímetros, para compor a amostra composta. O solo foi classificado com Argissolo Vermelho Amarelo de textura arenosa (ROSSI, 2017). As análises de textura, de titulação, espectrofotômetro e mufla para análise de carbono foram feitas no laboratório de análise de solo da Universidade federal da Grande Dourados (UFGD).

Área 1: área de agricultura para produção de grãos, recém implanta, manejada com gradagem pesada e incorporação de material de cobertura, antiga pastagem de braquiária humidícola (*Brachiaria humidicola* (Syn. *Urochloa humidicola*) cv. Humidícola). Coordenadas: latitude 21°52'52" S longitude 49°37'22" W e altitude de 497 m.

Área 2: área de preservação permanente de Mata Atlântica nativa. Coordenadas latitude 21°52'02" S longitude 49°38'55" W e altitude de 479 m.

Área 3: área de pastagem degradada de *Brachiaria brizantha* (Syn. *Urochloa brizantha*) cv. Marandú já consolidada. Coordenadas: latitude 21°53'14" S longitude 49°37'10" W e altitude de 506 m.

Inicialmente as amostras foram secas ao ar e peneiradas em malha < 2 mm de diâmetro, para posterior quantificação do carbono orgânico por três métodos (Yeomans e Bremner; espectrofotômetro e mufla). As marchas analíticas utilizadas para determinação dos teores de CO nas amostras de solo são as descritas a seguir.

3.2 Determinação de carbono orgânico do solo

Cada amostra de solo foi analisada em quadruplicata, ou seja, foi realizada a avaliação de cada amostra quatro vezes e realizada a média dessas quatro análises por amostra, para cada método de determinação de CO.

3.2.1 Descrito por Walkley-Black adaptado - Método espectrofotômetro - amostras mensuradas em volume.

Foi cachimbado 0,5 cm³ de solo passado em peneira de 2 mm, onde se adicionaram 5 ml de dicromato de sódio 0,667 mol L⁻¹ e ácido sulfúrico 5 mol L⁻¹, que foram agitados em mesa agitadora com movimento circular horizontal por 10 minutos com velocidade de 180 rpm. Após a agitação elas foram submetidas ao repouso por 1 hora, e adicionaram-se 25 ml de água destilada. As amostras foram deixadas em repouso durante a noite para decantação. No dia seguinte foi coletado o sobrenadante, que foi transferido para a cubeta do colorímetro fotoelétrico B220, com filtro de transmitância de 650 nm. A partir da curva padrão com diferentes concentrações de Cr³⁺ foram determinados os teores de carbono orgânico do solo.

3.2.2 Descrito por Yeamans e Bremner (1988) - Método da titulação - amostras mensuradas em massa.

Em tubo de digestão, foi pesado 0,25 g de solo passado em peneira de 0,25 mm e adicionados 5 ml de dicromato de potássio (K₂Cr₂O₇) 0,167 mol L⁻¹ e 7,5 ml de ácido sulfúrico H₂SO₄ concentrado. Posteriormente, as amostras em tubos foram acondicionadas em bloco digestor pré-aquecido à 160°C por 30 min. Após essa etapa e depois de serem resfriadas, as amostras digeridas foram transferidas para erlenmeyers onde foram adicionados 100 ml de água destilada e 3 gotas de ferroína. A titulação foi feita com sulfato ferroso amoniacal [(NH₄)₂ Fe (SO₄)₂.6H₂O] 0,4 mol L⁻¹. Os teores de carbono orgânico (CO) foram determinados utilizando-se os fundamentos e equação matemática descritos em Cantarella et al. (2001).

3.2.3 Método da Mufla - amostras mensuradas em volume.

A determinação do teor de matéria orgânica pelo método da mufla foi feita seguindo-se método estabelecido por Goldin (1987), com as seguintes modificações: secagem prévia das amostras em estufa a 110°C, por um período de 3h, visando eliminar toda a água presente no solo, como a higroscópica, a capilar ou de cristalização (RODELLA e ALCARDE, 1994). Após esse período, os cadinhos de cerâmica com as

amostras (5g de solo passado em peneira de 2mm) foram acondicionados em forno do tipo mufla e incinerados em uma temperatura de 550°C, por 1h. Posteriormente, o conjunto (cadinho+solo) foi acondicionado em dessecador e, em seguida, pesado.

O teor de matéria orgânica foi determinado em razão da perda de massa do solo incinerado, considerando-se o material perdido pela queima no intervalo de variação da temperatura de 110°C a 550°C, conforme a fórmula: $MO (\%) = (P - (T - C) \times 100) / P$, em que P = peso da amostra (g) depois de aquecida a 110°C; C = tara do cadinho (g); e T = peso da cinza + cadinho (g).

3.3 Cálculo do fator de correção

Posteriormente às determinações de carbono, foi calculado o fator de correção (GATTO et al., 2009) entre os métodos, considerando o método Yeaman e Bremner como referência pela seguinte forma: $f = Y/Y1$, em que f = fator de correção; Y = teor de carbono do solo determinado pelo método Yeaman e Bremner; e Y1 = teor de carbono determinado pelo método Walkley-Black/mufla.

3.4 Análise dos dados

Os dados foram submetidos à análise de variância e posteriormente ao Teste de Tukey ($p \leq 0.10$) utilizando o software SISVAR 5.8 (FERREIRA, 2014).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Houve interação entre as áreas de manejo e as metodologias de determinação de carbono orgânico dos solos ($p < 0,01$) (Tabela 1).

Os teores de MO, variaram de 11,00 a 13,00; 12,00 a 14,00 e 24,50 a 25,00 g kg⁻¹, respectivamente (Tabela 2), refletindo a heterogeneidade das amostras analisadas e as distinções entre os métodos analíticos.

Tabela 1. Resumo da análise de variância, em relação as áreas de manejo e metodologias de determinação de carbono orgânico do solo, Dourados – MS, 2023.

| Fator de variação | F |
|-------------------|----------|
| Áreas (A) | 0,0000** |

| | |
|------------------|----------------------|
| Metodologias (M) | 0,4666 ^{ns} |
| A x M | 0,0071** |
| Média | 16,47 |
| C.V. (%) | 6,83 |

Tabela 2. Média de valores de matéria orgânica do solo (g kg^{-1}) pelos métodos de titulação, espectrofotômetro e mufla. Dourados/MS 2023.

| Área | Metodologia de análise de CO | | |
|-------|------------------------------|-------------------|----------|
| | titulação | espectrofotometro | mufla |
| 1 | 13,00 bA ⁽¹⁾ | 12,00 bB | 25,00 aA |
| 2 | 11,00 cB | 14,00 bA | 24,50 aA |
| 3 | 11,75 bAB | 12,50 bAB | 24,50 aA |
| média | 11,92 | 12,83 | 24,67 |

⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula, na linha, e maiúscula, na coluna, não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey a 5%. Área 1: agricultura; área 2: vegetação nativa; área 3: pastagem degradada.

O método da titulação, considerado referência para muitos laboratórios de rotina de análise de solo, de modo geral, foi estatisticamente igual ao método do espectrofotômetro, com exceção da área 2 (Tabela 2).

Entretanto, independente da área amostrada, os maiores teores de MO do solo foram obtidos com o método da mufla, em decorrência do próprio processo analítico. Esse procedimento analítico tem sido bastante usado em trabalhos de determinação do C do solo, visto que a combustão seca, que ocorre à temperatura de 550°C, oxida todo o C da amostra. Nos outros dois métodos (titulação e espectrofotômetro), a oxidação do C não é completa, determinando essencialmente o CO (NELSON e SOMMERS, 1996). De acordo com Segnini et al. (2008) e Coser et al. (2012) os menores teores de MO nos solos ocorre porque o $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ possui baixa capacidade de oxidar formas de C mais estáveis/recalcitrantes. Assim, C-frações orgânicas protegidas pela fase mineral, C-carbonato e C-carvão não são atacados durante a digestão ácida (CANTARELLA et. al., 2001; SEGNINI et al., 2008).

Dias e Lima (2004) e Brunetto et al. (2006) também confirmaram em seus experimentos que teores de MO determinados por incineração em mufla, apresentaram tendência a superestimação, comparativamente aos métodos da titulação e espectrofotômetro. Estes autores acreditam que esta superestimação se deve ao fato de que em temperaturas muito elevadas toda a gibbsita e parte da caulinita presente na fração argila do solo são também calcinados, além de perdas de água estrutural, o que leva à grande variação de perda de massa.

Desta maneira, a desnaturação ou degradação dessas substâncias inorgânicas são computadas como MO, o que superestima a massa perdida durante a temperatura de

incineração, resultando em erro na determinação do C. Entretanto, a média da MO para as amostras avaliadas pelo método da mufla foi de 24,67 g kg⁻¹, com valores próximos àqueles observados para outros solos do Cerrado (SIQUEIRA NETO et al., 2009)

Os fatores de correção estimados, para o método espectrofotômetro, variaram de 0,78 a 1,08 e para o método da mufla, de 0,45 e 0,52 (Tabela3), ou seja, menor variação entre as áreas para o método da mufla, entretando, dependendo do teor de CO lábil, o C total do solo estaria sendo ora subestimado, ora superestimado, com a aplicação do fator de correção média (0,93 e 0,48). Assim, os fatores de correção dos métodos devem ser reavaliados.

Tabela 3. Fator de correção médio de MO para as áreas estudadas, determinados pelos métodos (espectrofotômetro e mufla), em relação ao método de referência (titulação). Dourados/MS 2023

| Área | Fator de correção | |
|-------|-------------------|-------|
| | Espectrofotômetro | Mufla |
| 1 | 1,08 | 0,52 |
| 2 | 0,78 | 0,45 |
| 3 | 0,94 | 0,48 |
| Média | 0,93 | 0,48 |

1: área agrícola; 2: vegetação nativa; 3: pasto degradado

Para que os métodos (espectrofotômetro e mufla) possam ser empregado em laboratórios de rotina e de pesquisa, é necessário correlacioná-lo com o método-padrão (titulométrico). Os valores dos coeficientes de determinação (R^2) e correlação (r), assim como também as equações da reta e os resultados para a comparações dos métodos analíticos de determinação de MO encontram-se na Figura 1.

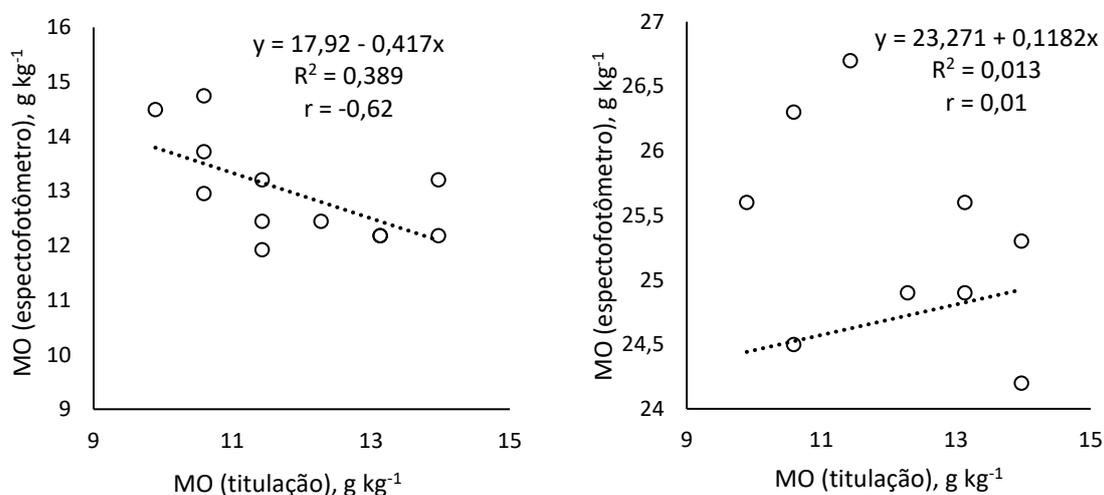


Figura 1. Comparação dos teores de MO determinados por meio dos métodos espectrofotômetro e mufla, em função do método da titulação. Dourados/MS 2023.

Observa-se uma relação inversamente proporcional dos métodos (titulação e espectrofotômetro) e entre os métodos (titulação e mufla) não houve correlação (Figura 1), o que demonstra que os métodos estudados não podem substituir o método de referência (titulação).

5. CONCLUSÃO

1. Os teores de CO obtidos pelos três métodos não se correlacionaram entre si nas diferentes áreas estudadas.
2. Os métodos da mufla e do espectrofotômetro tenderam a superestimar os teores de CO em relação ao método de referência (titulação).
3. O fator de recuperação dos métodos varia com as áreas estudadas.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRUNETTO, G.; MELO, G. W.; KAMINSKI, J.; FURLANETTO, V.; BELLO FILHO, F. Avaliação do método de perda de peso por ignição na análise de matéria orgânica em solos da Serra Gaúcha do Rio Grande do Sul. **Ciência Rural**, v.36, n.6, p.1936-1939, nov-dez, 2006.

CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A.; RAIJ, B. van. Determinação da matéria orgânica. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. **Análise química pra avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas, IAC, 2001. p.173-180.

CARMO, D. L.; SILVA, C. A. **Métodos de quantificação de carbono e matéria orgânica em resíduos orgânicos**. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 36, p. 1211-1220, 2012.

COSER, T. R.; FIGUEIREDO, C. C.; RAMOS, M. L. G.; JANNUZZI, H.; MARCHÃO, R. L. Recuperação de carbono obtida por três métodos em frações da matéria orgânica de Latossolo, sob consórcio milho-forrageiras, no Cerrado. **Bioscience Journal**, v.28, p.91–97, 2012.

DIAS, J. C.; LIMA, W. N. Comparação de métodos para a determinação de matéria orgânica em amostras ambientais. **Revista Científica da UFPA**, v. 4, p. 1-16, 2004.

ESCOSTEGUY, P. A.V.; GALLIASSI, K.; BALDISSERA, I. T. Estimativa do teor de matéria orgânica dos solos do Oeste de Santa Catarina utilizando o método da perda de peso por ignição. In: REUNIÃO ANUAL DA ROLAS, 34., Passo Fundo, 2002. **Anais...** Passo Fundo, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo. Núcleo Regional Sul. ROLAS, 2003. Anexo 2. p17-25

FERREIRA, D. F. Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. **Ciência e Agrotecnologia**. [online]. 2014.

GATTO, A.; BARROS, N. F. de; NOVAIS, R. F.; SILVA, I. R.; MENDONÇA, E. de S.; VILLANI, E. M. de A. Comparação de métodos de determinação do carbono orgânico em solos cultivados com eucalipto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 33. p. 735-740, 2009.

GOLDIN, A. Reassessing the use of loss-on-ignition for estimating organic matter content in noncalcareous soils. **Commun. Soil Sci. Plant. Anal.**, v. 18, p. 1111-1116, 1987.

GUERRA, J. G. M.; SANTOS, G. A. Métodos químicos e físicos. In: SANTOS G. A. et al. (Eds.). **Fundamentos da matéria orgânica do solo**. 2. ed. Porto Alegre: Metrópole, 2008. cap. 13. p.185-200.

HARTEMINK, A. E. Matéria orgânica do solo: Chave para solo resistente à seca e produção sustentada de alimentos. **Annals of Tropical Research**, v. 28, n. 2, pág. 1-16, 2006.

LEHMANN, J.; KLEBER, M. Compreender e melhorar a formação da matéria orgânica do solo. In: SPARKS, D. L. **Avanços em Agronomia**. Amsterdam: Elsevier, v. 113, p. 1-57, 2011.

NELSON, D. W.; SOMMERS, L. E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: BLACK, C. A. (ed.). **Methods of soil analysis**. Part 3. Chemical methods. Madison, Soil Science of America and American Society of Agronomy, 1996. p.961-1010.

RODELLA, A. A.; ALCARDE, J. C. Avaliação de materiais orgânicos empregados como fertilizantes. **Sci. Agric.**, v. 51, p. 556-562, 1994.

ROSSI, M. **Mapa Pedológico do Estado de São Paulo**: revisado e ampliado. São Paulo: Instituto Florestal, 2017.

SAMPAIO, T. F.; FERNANDES, D. M.; GUERRINI, I. A.; BOGIANI, J. C.; BACKES, C. **Comparação entre métodos para determinação de Carbono orgânico em amostras de solo mensuradas por volume ou massa**. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v: 36; p. 517-523, 2012.

SATO, J. H. **Métodos para determinação do carbono orgânico em solos do cerrado**. Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, 2013, 23p.

SEGNINI, A.; SANTOS, L. M.; SILVA, W. T. L.; MARTINNETO, 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). **Química Nova.**, v. 31, p. 94-97, 2008.

SILVA, A.C., TORRADO, P.; ABREU JUNIOR, J. S. Métodos de quantificação da matéria orgânica do solo. **Revista de Universidade de Alfenas**, v. 5, p. 21-26, 1999.

SUGUIO, K. **Introdução à sedimentologia**. São Paulo, Edgard Blücher, 1973. 317p

YEOMANS, J. C.; BREMNER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. **Commun. Soil Sci. Plant. Anal.**, v. 19. p. 1467-1476, 1988.

SANTOS, HG dos; JACOMINE, PKT; ANJOS, LHC dos; OLIVEIRA, V.A. de; LUMBRERAS, JF; COELHO, MR; ALMEIDA, JÁ de; ARAÚJOFILHO, JC de; OLIVEIRA, JB de; CUNHA, TJF Sistema Brasileiro de Classificação de Solos. 5. ed. Rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2018