




CAPÍTULO 15

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO NO SOLO

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.21825090915>

Apache Ansunda Co

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD,
Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados-MS
<https://lattes.cnpq.br/9116276077054700>

Alessandra Mayumi Tokura Alovise

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD,
Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados-MS
<http://lattes.cnpq.br/5030383787014962>

Pablo Mota

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD,
Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados-MS

João Augusto Machado da Silva

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD,
Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados-MS

Hercules Lazari Meurer

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD,
Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados-MS
<http://lattes.cnpq.br/5030383787014962>

Edilson Osmar do Santos Baessa2,

Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD, Faculdade
de Ciências Biológicas, Dourados-MS.

RESUMO: A matéria orgânica é um componente essencial para a fertilidade do solo e para a manutenção da biodiversidade. Atualmente diferentes metodologias para a determinação do carbono orgânico em solos têm sido utilizadas sem, no entanto, levar em consideração de riscos que possam oferecer ao meio ambiente e o alto custo de execução de suas análises. Desta forma, há necessidade de testar os métodos, com o intuito de encontrar um método que seja menos poluente, de baixo custo,

prático e eficiente. Com isso, o objetivo deste trabalho foi comparar três métodos de determinação de carbono orgânico em Latossolo Vermelho Distroférrico submetido a diferentes manejos. O trabalho foi realizado com solos de uma área experimental da Fazenda Experimental da Universidade Federal da Grande Dourados (FAECA), localizada no município de Dourados, além da coleta de amostras de solo sob vegetação nativa de um fragmento de Mata Atlântica adjacente a FAECA. Foram coletadas 16 amostras compostas na camada de 0-20 cm. Sendo uma amostra composta a junção de cinco amostras simples. 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 métodos do espectrofotômetro e da mufla tendem a superestimar os teores de carbono orgânico, comparativamente ao método da titulação. Não houve correlação entre os métodos estudados, indicando a impossibilidade de sua utilização para substituir o método de referência, o da titulação.

PALAVRAS-CHAVE: Matéria orgânica, Yeomans e Bremner, Walkley e Black, manejo do solo.

COMPARISON OF METHODS FOR DETERMINING SOIL ORGANIC CARBON

ABSTRACT: Organic matter is an essential component for soil fertility and for maintaining biodiversity. Currently, different methodologies for the determination of organic carbon in soils have been used without, however, taking into account the risks they may pose to the environment and the high cost of carrying out their analyses. In this way, there is a need to test the methods, in order to find a method that is less polluting, low cost, practical and efficient. Thus, the objective of this work was to compare three methods of determination of organic carbon in an Oxisol submitted to different managements. The work was carried out with soils from an experimental area of the Experimental Farm of the Federal University of Grande Dourados (FAECA), located in the municipality of Dourados, in addition to the collection of soil samples under native vegetation of an Atlantic Forest fragment adjacent to FAECA. Sixteen composite samples were collected from the 0-20 cm layer. A composite sample is the combination of five 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 spectrophotometer and muffle methods tend to overestimate the organic carbon contents compared to the titration method. There was no correlation between the methods studied, indicating the impossibility of using them to replace the reference method, that of titration.

KEYWORDS: Organic matter, Yeomans and Bremner, Walkley and Black, soil manage

INTRODUÇÃO

A matéria orgânica (MO) é um componente essencial para a fertilidade do solo e para a manutenção da biodiversidade. Conforme observado por Gama-Rodrigues et al. (2008), ela é composta por restos de plantas e animais, além de microrganismos que realizam a decomposição desses materiais.

A presença de matéria orgânica é fundamental para a manutenção da qualidade do solo. Conforme destacado por Siqueira Neto et al. (2010), os componentes orgânicos contribuem para a melhoria da estrutura do solo, aumentam a capacidade de retenção de água e nutrientes, e promovem a atividade biológica do solo, favorecendo a ciclagem de nutrientes.

A matéria orgânica também tem implicações importantes para a mitigação das mudanças climáticas. Conforme observado por Lal (2004), a MO do solo é um importante reservatório de carbono, e a sua preservação pode contribuir para a redução do acúmulo de gases de efeito estufa na atmosfera. No entanto, tem sido frequentemente afetada por práticas agrícolas intensivas, como o uso de agrotóxicos e a monocultura. Segundo Cunha et al. (2019), a perda de matéria orgânica do solo tem implicações negativas para a sustentabilidade da agricultura, comprometendo a produtividade e a qualidade dos alimentos produzidos.

Assim, é fundamental compreender a importância da preservação da matéria orgânica e buscar práticas agrícolas mais sustentáveis e responsáveis, que contribuam para a manutenção da fertilidade do solo e mitigação das mudanças climáticas.

Com a ampliação de programas governamentais de incentivo ao uso de sistemas conservacionistas de baixa emissão de carbono, surge a necessidade de se acompanhar as variações de carbono no solo, aumentando assim a necessidade de padronização dos diferentes métodos existentes.

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. 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.

Atualmente, existem três métodos mais usados de determinação de matéria orgânica, dentre eles, os métodos da Titulação (YEOMANS e KAMP; BREMNER, 1988); o método da Mufla (Lanarv 1988); e o método de Espectrofotômetro (Instituto Agrônômico).

Com isso, o objetivo deste trabalho foi comparar três métodos de determinação de carbono orgânico em Latossolo Vermelho Distroférrico submetido a diferentes manejos.

MATERIAL E MÉTODOS

Local do experimento

O estudo foi realizado com a coleta de amostras de solo da Fazenda Experimental da Universidade Federal da Grande Dourados (FAECA), localizada no município de Dourados, com coordenadas geográficas de latitude 22°14'S, longitude de 54°49'W e altitude de 458 metros e o solo predominante na área experimental é o Latossolo Vermelho Distroférrico (LVdf) com textura argilosa (SANTOS et al., 2018). O clima local de acordo com a classificação de Koppen e Geiger é Cwa (clima mesotérmico úmido, verões quentes e invernos secos). A latitude 22°14'S, longitude de 54°49'W e altitude de 458 metros pluviométrica total anual da região é de 1.400 a 1.500 mm e a temperatura média anual por volta dos 24°C (FIETZ e FISCH, 2008). Foi coletado também amostra de solo, da camada de 0-20 cm, sob vegetação nativa, de um fragmento de Mata Atlântica, adjacente a FAECA, localizada nas coordenadas geográficas de latitude 22°13'25,09'S, longitude de 55°0'43,69'W e altitude de 524 metros, de um Latossolo Vermelho Distroférrico (LVdf).

Coleta das amostras

A área do estudo na FAECA encontra-se em Sistema de Plantio Direto (SPD) desde 2009, quando foram realizadas todas as correções necessárias para introdução do sistema. São cultivados soja e milho no verão e culturas de outono-inverno na sequência. Os solos foram coletados sob áreas cultivadas com milho, pousio e rotação de culturas. Foram coletadas quatro amostras compostas de solo sendo uma amostra composta a junção de dezesseis amostras simples de solo na camada de 0-20 cm, em cada um dos tratamentos (milho, pousio e rotação). Coletou também quatro amostras compostas de solo da camada de 0-20 cm, na área sob vegetação nativa. Sendo uma amostra composta a junção de dezesseis amostras simples. No total foram 64 amostras simples transformadas em 16 amostras compostas.

Análises do solo

As amostras foram secas ao ar e peneiradas em malha < 2 mm de plástico para as análises químicas e textura, segundo método de Claessen (1997) (QUADRO 1), além da determinação do carbono orgânico por três métodos (Yeomans e Bremner; espectrofotômetro e mufla).

Área	pH água	P	K	Ca	Mg	Al	H+Al	CTC	V%	Areia	Silte	Argila
		mg/dm ³	cmol _c dm ⁻³							%		
P	6,15	25,0	0,38	5,0	2,1	0,0	3,7	11,2	66,8	26,3	19,9	53,7
R	5,66	10,5	0,67	3,2	1,2	0,5	4,5	9,6	53,1	24,3	16,4	59,2
M	5,61	14,7	0,38	3,7	1,4	0,4	5,1	10,7	52,0	15,8	24,4	59,8
V	5,94	3,16	0,38	8,4	3,3	0,0	5,1	17,2	70,4	19,1	27,7	53,1

QUADRO 1. Atributos químicos e de textura do Latossolo Vermelho Distroférrico sob diferentes manejos, Dourados-MS, 2023.

P: área sob pousio, R: área sob rotação de culturas, M: área sob milho, V: área sob vegetação nativa

Métodos de determinação do carbono orgânico do solo (COS)

Os métodos analíticos avaliados para determinar o teor de COS foram utilizando amostras de solo por massa (Método de Yeomans e Bremner; Mufla) ou por volume (Método do espectrofotômetro - Walkley e Black adaptado) para cada um deles, resultando em três metodologias:

Titulação – Método YEOMANS e BREMNER (1988)

Foram pesados 0,25 g de solo passado em peneira de 0,25 mm e adicionados 5 ml de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) $0,167 \text{ mol L}^{-1}$ e 7,5 ml de ácido sulfúrico H_2SO_4 concentrado. Colocou em um bloco digestor pré-aquecido à 160°C por 30 min. Após repouso de 30 minutos foram adicionados 100 ml de água destilada e 3 gotas de ferroína. A titulação é feita com sulfato ferroso amoniacal $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ $0,4 \text{ mol L}^{-1}$.

Mufla – PMI (Perda de Massa por Ignição) (Lanarv 1988)

Foram pesados 5 g de solo passados em peneira de 2 mm e secagem a 110°C por 3 horas. As amostras foram submetidas à calcinação por 1h na temperatura de 550°C . Posteriormente as amostras foram pesadas, e a diferença entre a massa inicial e a massa final correspondeu ao teor de matéria orgânica do solo.

Espectrofotômetro – Walkley e Black adaptado (Instituto Agronômico)

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.

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: $f = Y/Y_1$, em que f = fator de correção; Y = teor de carbono do solo determinado pelo método Yeaman e Bremner; e Y_1 = teor de carbono determinado pelo método Walkley-Black adaptado

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).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Houve interação entre as áreas de manejo e as metodologias de determinação de carbono orgânico dos solos ($p < 0,01$) (QUADRO 2).

Fator de variação	F
Áreas (A)	0,0000**
Metodologias (M)	0,0000**
A x M	0,0000**
Média	70,91
C.V. (%)	8,48

QUADRO 2. Resumo da análise de variância, em relação às áreas de manejo e metodologias de determinação de carbono orgânico do solo, Dourados – MS, 2023.

Independente do manejo do solo, os maiores teores de C do solo foram obtidos com o método da mufla, em decorrência do próprio processo analítico (QUADRO 3). 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).

Manejo	Métodos de determinação de CO		
	Titulação	Espectrofotômetro	Mufla
P	26,86 bB ⁽¹⁾	29,42 cB	97,72 cA
M	31,54 bC	86,15 aB	104,95 bcA
R	34,09 bC	82,43 aB	109,30 bA
V	58,64 aB	60,64 bB	129,18 aA

QUADRO 3. Teor de carbono orgânico no solo determinado pelo método de referência titulação, espectrofotômetro e mufla, para cinco manejos do sol

P: área sob pousio, M: área sob milho, R: área sob rotação de culturas, V: área sob vegetação nativa; ⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula, na coluna, e maiúscula na linha, não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey a 5%.

O método da titulação, considerado referência para muitos laboratórios de rotina de análise de solo, os resultados mostraram que a tomada das amostras em massa subestimou os teores de COS nos sistemas milho e rotação de culturas, quando comparado ao método do espectrofotômetro e mufla (QUADRO 3). Ao se avaliar o teor de C, as variações nos resultados podem ocorrer tanto em razão dos métodos empregados, quanto em relação à composição química dos materiais. Além do que foi dito, os teores de CO determinados pelo método da titulação pode sofrer interferências de vários constituintes da amostra, como de íons ferrosos, sulfeto, N-nítrico, cloreto e óxido de manganês, os quais podem ser oxidados ou reduzidos.

Observa-se que, em função da análise dos dados mostrados na QUADRO 4, os fatores de correção estimados, para o método espectrofotômetro, variaram de 0,37 a 0,97, com média de 0,66 e, para o método da mufla, de 0,27 a 0,41, com média de 0,33, ou seja, mostrando que há menor variabilidade e maior precisão a determinação do CO pelo método da mufla, entretanto, 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 (0,66 e 0,33). Assim, os fatores de correção dos métodos devem ser reavaliados.

Para que os métodos (espectrofotômetro e mufla) possam ser empregados em laboratórios de rotina e de pesquisa, é necessário correlacioná-lo com o método-padrão (titulométrico). Obteve-se baixa correlação entre os métodos de determinação de COS (FIGURA 1), o que demonstra que os métodos estudados não podem substituir o método de referência (titulação) (FIGURA 2).

MANEJO	Fator de correção	
	Espectrofotômetro	Mufla
P	0,91	0,27
M	0,37	0,30
R	0,41	0,31
V	0,97	0,45
Média	0,66	0,33

QUADRO 4. Fator de correção médio para as áreas de manejo dos teores de C determinados pelos métodos (espectrofotômetro e mufla), em relação ao método de referência (titulação)

P: área sob pousio, M: área sob milho, R: área sob rotação de culturas, V: área sob vegetação nativa;

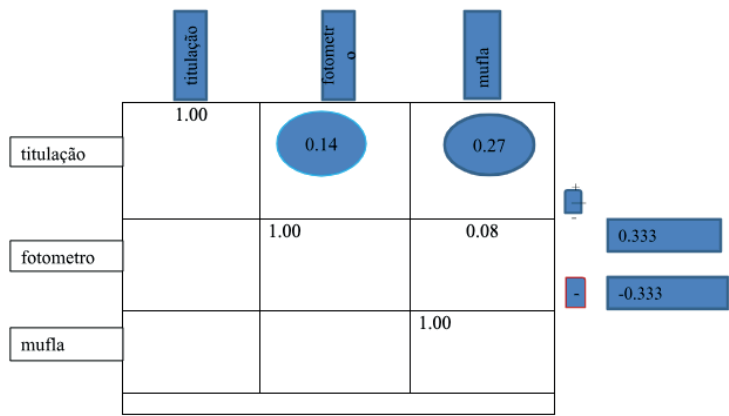


FIGURA 1. Correlação entre os métodos de determinação de CO nos diferentes manejo do solo.

O método da mufla é vantajoso em relação aos outros (titulação e espectrofotômetro), pois, além de não gerar resíduos contaminados, é rápido, de fácil operação e de baixo custo (PRIBYL, 2010), aspectos relevantes na determinação da MO em análises de rotina.

Não obstante a necessidade de aplicação de fator de correção dos valores obtidos, acredita-se que a adoção do método mensurado por volume (espectrofotômetro) pode trazer vantagens operacionais nos laboratórios de rotina de análises de solo do Brasil. A manipulação de maior número de amostras e a diminuição do uso de reagentes com elementos tóxicos, como o Cr, com vantagens óbvias no tratamento e manipulação de efluentes dos laboratórios de análise de solos.

Tendo em vista o exposto, sugere-se que os laboratórios busquem métodos de determinação de COS que possibilitem ao mesmo tempo diminuir o uso de reagentes químicos, sem que isso interfira negativamente na qualidade da determinação de carbono orgânico total (COT). Além disso, os resultados indicam a necessidade de novos estudos nos quais sejam selecionados solos de áreas agrícolas e sob vegetação nativa por classes de solo, texturas e tipos de uso dos solos.

CONCLUSÃO

Os teores de CO obtidos pelos três métodos não se correlacionaram entre si nos diferentes manejos do solo.

Os métodos da mufla e do espectrofotômetro tendem a superestimar os teores de CO em relação ao método de referência (titulação).

O fator de correção dos métodos varia com o manejo do solo.

REFERÊNCIAS

CLAESSEN, M. E. C. (Org.). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. e atual. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPq, 1997. (EMBRAPA-CNPq. Documentos, 1).

CUNHA, T. J.F.; MENDES, A. M. S.; GIONGO, V. Importância da matéria orgânica do solo para a sustentabilidade da agricultura. In: SANTOS, G. A.; (Orgs.). **Fundamentos da matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais**. 2. ed. Porto Alegre: Metrópole, p. 307-324. 2019.

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

FIETZ, C. R.; FISCH, G. F. **O Clima da Região de Dourados, MS**. Embrapa (MS). 2. ed. 2008. Dourados, 2008. 32 p. (Documentos 92).

GAMA-RODRIGUES, A. C.; GAMA-RODRIGUES, E. F.; BARROS, N. F. de. Decomposição e liberação de nutrientes da serapilheira de espécies florestais em plantios puros e mistos em regiões tropicais. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 32, p. 1461–1470, 2008.

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.

LAL, R. Soil carbon sequestration impacts on global climate change and food security. **Science**, v. 304, p. 1623-1627, 2004.

LANARV. Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos. Brasília: LANARV, 1988.

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.

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.

PRIBYL, D. W. A critical review of the conventional SOC to SOM conversion factor. **Geoderma**, v. 156, p. 75-83, 2010.

SANTOS, H. G. dos; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C. dos; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; ALMEIDA, J. A. de; ARAUJO FILHO, J. C. de; OLIVEIRA, J. B. de; CUNHA, T. J. F. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2018.

SIQUEIRA NETO; M. PICCOLO, M. C; SCOPEL, E; COSTA, J. C; CERRI, C. C; BERNOUX, M. Matéria orgânica e sua relação com a fertilidade do solo. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, v. 14, p. 311-319, 2010.

YEOMANS, M., & BREMNER, J. M. (1988). On the statistical analysis of growth curves. **Journal of Growth Analysis**, 5(2), 120-135.