

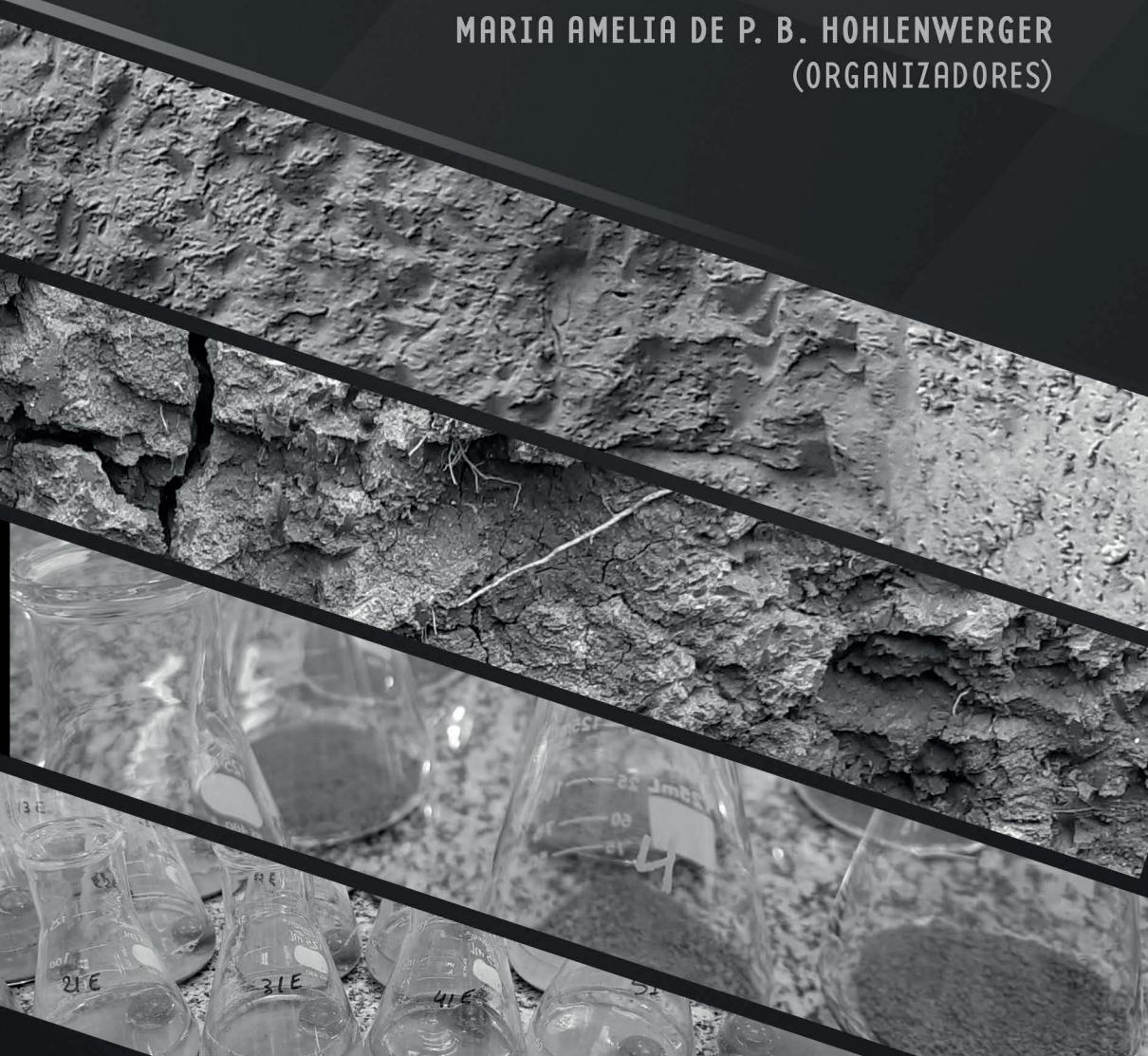
MEHLICH-1 REVISADO

FRANCISCO DE SOUZA FADIGAS
SANDRA MARIA CONCEIÇÃO PINHEIRO
OLDAIR VINHAS COSTA
MARIA AMELIA DE P. B. HOHLENWERGER
(ORGANIZADORES)



MEHLICH-1 REVISADO

FRANCISCO DE SOUZA FADIGAS
SANDRA MARIA CONCEIÇÃO PINHEIRO
OLDAIR VINHAS COSTA
MARIA AMELIA DE P. B. HOHLENWERGER
(ORGANIZADORES)



2025 by Atena Editora

Copyright © 2025 Atena Editora

Copyright do texto © 2025, o autor

Copyright da edição © 2025, Atena Editora

Os direitos desta edição foram cedidos à Atena Editora pelo autor.

Open access publication by Atena Editora

Editora chefe

Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Editora executiva

Natalia Oliveira Scheffer

Imagens da capa

iStock

Edição de arte

Yago Raphael Massuqueto Rocha



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob a Licença Creative Commons Atribuição 4.0 Internacional (CC BY 4.0).

O conteúdo desta obra, em sua forma, correção e confiabilidade, é de responsabilidade exclusiva dos autores. As opiniões e ideias aqui expressas não refletem, necessariamente, a posição da Atena Editora, que atua apenas como mediadora no processo de publicação. Dessa forma, a responsabilidade pelas informações apresentadas e pelas interpretações decorrentes de sua leitura cabe integralmente aos autores.

A Atena Editora atua com transparência, ética e responsabilidade em todas as etapas do processo editorial. Nossa objetivo é garantir a qualidade da produção e o respeito à autoria, assegurando que cada obra seja entregue ao público com cuidado e profissionalismo.

Para cumprir esse papel, adotamos práticas editoriais que visam assegurar a integridade das obras, prevenindo irregularidades e conduzindo o processo de forma justa e transparente. Nossa compromisso vai além da publicação, buscamos apoiar a difusão do conhecimento, da literatura e da cultura em suas diversas expressões, sempre preservando a autonomia intelectual dos autores e promovendo o acesso a diferentes formas de pensamento e criação.

Mehlich-1 - Revisado

| Organizadores:

Francisco de Souza Fadigas
Oldair Del'arco Vinhas Costa

Sandra Maria Conceição Pinheiro
Maria Amélia de Pinho Barbosa Hohlenwerger

| Revisão:

Os autores

| Diagramação:

Thamires Gayde

| Capa:

Yago Raphael Massuqueto Rocha

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

M498 Mehlich-1 - Revisado / Organizadores Francisco de Souza Fadigas, Sandra Maria Conceição Pinheiro, Oldair Del'arco Vinhas Costa, et al. – Ponta Grossa - PR: Atena, 2025.

Outra organizadora
Maria Amélia de Pinho Barbosa Hohlenwerger

Formato: PDF
Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader
Modo de acesso: World Wide Web
Inclui bibliografia
ISBN 978-65-258-3838-0
DOI: <https://doi.org/10.22533/at.ed.380252111>

1. Solos. I. Fadigas, Francisco de Souza (Organizador). II. Pinheiro, Sandra Maria Conceição (Organizadora). III. Costa, Oldair Del'arco Vinhas (Organizador). IV. Título.

CDD 631.45

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166

Atena Editora

📞 +55 (42) 3323-5493

📞 +55 (42) 99955-2866

🌐 www.atenaeditora.com.br

✉ contato@atenaeditora.com.br

CONSELHO EDITORIAL

CONSELHO EDITORIAL

Prof. Dr. Alexandre Igor Azevedo Pereira – Instituto Federal Goiano
Prof^a Dr^a Amanda Vasconcelos Guimarães – Universidade Federal de Lavras
Prof. Dr. Antonio Pasqualetto – Pontifícia Universidade Católica de Goiás
Prof^a Dr^a Ariadna Faria Vieira – Universidade Estadual do Piauí
Prof. Dr. Arinaldo Pereira da Silva – Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará
Prof. Dr. Benedito Rodrigues da Silva Neto – Universidade Federal de Goiás
Prof. Dr. Cirênio de Almeida Barbosa – Universidade Federal de Ouro Preto
Prof. Dr. Cláudio José de Souza – Universidade Federal Fluminense
Prof^a Dr^a Daniela Reis Joaquim de Freitas – Universidade Federal do Piauí
Prof^a Dr^a. Dayane de Melo Barros – Universidade Federal de Pernambuco
Prof. Dr. Elio Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof^a Dr^a Érica de Melo Azevedo – Instituto Federal do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Prof. Dr. Fabrício Moraes de Almeida – Universidade Federal de Rondônia
Prof^a Dr^a Glécilla Colombelli de Souza Nunes – Universidade Estadual de Maringá
Prof. Dr. Humberto Costa – Universidade Federal do Paraná
Prof. Dr. Joachin de Melo Azevedo Sobrinho Neto – Universidade de Pernambuco
Prof. Dr. João Paulo Roberti Junior – Universidade Federal de Santa Catarina
Prof^a Dr^a Juliana Abonizio – Universidade Federal de Mato Grosso
Prof. Dr. Julio Cândido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof^a Dr^a Keyla Christina Almeida Portela – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná
Prof^a Dr^a Miranilde Oliveira Neves – Instituto de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará
Prof. Dr. Sérgio Nunes de Jesus – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia
Prof^a Dr^a Talita de Santos Matos – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Tiago da Silva Teófilo – Universidade Federal Rural do Semi-Árido
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas

APRESENTAÇÃO

APRESENTAÇÃO

Os métodos empregados na extração e análise de elementos químicos do solo seguem como um importante campo de investigação nas ciências agrárias, despertando interesse contínuo entre pesquisadores e profissionais vinculados a instituições acadêmicas e científicas. A atualização e adequação dessas técnicas às demandas atuais da pesquisa, em escalas regional e nacional, são fundamentais para o avanço do conhecimento e para a resolução de questões recorrentes relacionadas à fertilidade do solo.

Esta coletânea apresenta os resultados de uma série de experimentos conduzidos com o objetivo de elucidar os fatores que interferem na quantificação do fósforo no solo por meio do extrator Mehlich-1. Os capítulos oferecem uma análise crítica e detalhada dos dados obtidos, fundamentada em literatura técnica especializada e em protocolos analíticos consolidados.

Ao final da obra, é disponibilizada uma síntese da metodologia proposta para a extração e determinação do fósforo em amostras de solo, com potencial aplicação em rotinas laboratoriais e em estudos comparativos. Este material técnico visa subsidiar pesquisadores e profissionais que atuam no setor agrícola com informações atualizadas, contribuindo para a melhoria da qualidade das análises e para o desenvolvimento de novas abordagens investigativas.

LISTA DE ABREVIATURAS

LISTA DE ABREVIATURAS

A – absorvância

ANOVA – análise de variância

CC - curva completa

CETEC – Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas

CMAP - capacidade máxima de adsorção de P

COrg – carbono orgânico do solo

CTC – capacidade de troca de cátions

F - medida estatística que compara variâncias

Fp – fator para fósforo(P)

GL – graus de liberdade

ICP-OES - Espectrometria de emissão ótica com plasma de acoplamento indutivo

LASP – Laboratório de análise de plantas e solo LD - limite de detecção do método

MC - meia curva

MO – matéria orgânica do solo

MQ – metade da quantidade de reagentes

NEAS - Núcleo de Engenharia de Água e Solo nm – nanômetro

PCZ – ponto de carga zero

PMx - ponto de máxima em x

PMy – ponto de máxima em y

QM – quadrado médio

LISTA DE ABREVIATURAS

LISTA DE ABREVIATURAS

QT – quantidade total de reagentes recomendada no método original

R2 – coeficiente de determinação

RT - reagente de Trabalho

RTA - resina trocadora de ânions

SB - soma de bases

SQ – soma de quadrados

TFSA - terra fina seca ao ar

UFRB – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia

UV-VIS –espectrofotometria na faixa ultravioleta e visível

V – percentagem de saturação por bases

LISTA DE TABELAS

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 1

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade.....	6
Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo....	7
Tabela 3. ANOVA – Análise de variância para os teores de P em função do volume solo-extrator e da condição em que os extratos foram obtidos.....	9
Tabela 4. Comparação de médias do teor de P entre as combinações de volume de solo e extrator em função da filtração e decantação do extrato de solo..	10
Tabela 5. Análise de variância para os teores de P em função do tipo de solo, volume da mistura solo-extrator e do uso de filtração	11
Tabela 6. Comparação de médias dos teores de P nos solos considerando as combinações de volume em amostras filtradas e decantadas.....	12

CAPÍTULO 2

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) na camada de 0 a 20 cm de profundidade dos solos utilizados no estudo..	20
Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo..	20
Tabela 3. Comparação de médias ¹ para o teor de P no Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) em função do tempo de decantação do extrato, com e sem filtração.....	23
Tabela 4. Comparação de médias ¹ para o teor de P de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) em função do tempo de decantação do extrato	24
Tabela 5. Variação do pH e da acidez titulável dos extratos de solo ao longo do tempo de decantação	26
Tabela 6. Comparação de médias ¹ para o teor de P no Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e em um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) em função do tempo de decantação do extrato.....	28

CAPÍTULO 3

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade.....	37
--	----

LISTA DE TABELAS

LISTA DE TABELAS

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos representativos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade.....	37
Tabela 3. ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo ¹ para a curva completa (p=0,05)	41
Tabela 4. ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo ¹ para a meia curva (p=0,05)....	42
Tabela 5. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda (λ) utilizado para medidas das absorvâncias da meia curva (MC1)	42
Tabela 6. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda utilizado para medidas das absorvâncias da curva completa (CC).....	43

CAPÍTULO 4

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C _{Org}) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade..	52
Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo.	53
Tabela 3. Médias obtidas para as absorvâncias de P nos padrões da meia curva (MC).....	55
Tabela 4. Médias obtidas para as absorvâncias de P nos padrões da curva completa (CC).....	55
Tabela 5. ANOVA – Absorvância (A) em função do tipo de curva (MC e CC) e da quantidade de reagente (MQ e QT) (p=0,05).....	59
Tabela 6. Inclinação da reta (tg) ¹ em função do tipo de curva (MC e CC) e quantidade de reagente (MQ e QT) (p=0,05)	59
Tabela 7. Comparação das médias obtidas para a inclinação da reta de calibração (tg(α))	60
Tabela 8. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função da quantidade de reagentes utilizadas na quantificação (MQ e QT).61	

LISTA DE TABELAS

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 5

Tabela 1. Composição granulométrica e teor de carbono orgânico em um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd).....	69
Tabela 2. Resultados das análises químicas de Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd).....	70
Tabela 3. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade... ..	71
Tabela 4. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo.	72
Tabela 5. Concentração de P ⁱ em amostras de Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd), em função da intensidade de agitação	74
Tabela 6. Valores dos pontos máximos (vértices) em X (opm) e Y (concentração de P), em função da intensidade de agitação, para as equações de regressão quadráticas de cada horizonte do PVAd.....	76
Tabela 7. Valores dos pontos máximos (vértices) em X (opm) e Y (concentração de P), em função da intensidade de agitação, para as equações de regressão quadráticas ($y = ax^2+bx+c$) de cada solo.	79
Tabela 8. ANOVA - Efeito da intensidade de agitação e da presença (ou ausência) da esfera de vidro sobre a disponibilidade de P no solo.....	80
Tabela 9. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função da agitação e sem a presença da esfera de vidro.	81

CAPÍTULO 6

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade.. ..	88
Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo.	89
Tabela 3. Curvas de calibração utilizando diferentes conjuntos de soluções padrão de fósforo obtidas por espectrofotometria de absorção molecular a 660 nm1.....	90
Tabela 4. ANOVA - Efeito do uso ou não do coeficiente linear (b) na equação para o cálculo dos teores de P no solo, em função da curva de calibração utilizada	91
Tabela 5. Comparação das médias obtidas para os valores de P no solo em função do tipo de curva de calibração e da presença ou não do coeficiente linear (b).....	92

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 1

Figura 1. Curva de calibração para o fósforo (P) obtida pelo método do azul de molibdênio com absorvâncias medidas a 660 nm.....8

CAPÍTULO 2

Figura 1. Curva de calibração para o fósforo (P) obtida pelo método do azul de molibdênio com absorvâncias medidas a 660 nm.....19

Figura 2. Variação na concentração de P em função do tempo de decantação do extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd).....21

Figura 3. Variação na concentração de P em função do tempo de decantação do extrato de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx).....22

Figura 4. Variação na turbidez do extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) durante a decantação.....25

Figura 5. Variação na turbidez do extrato de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) durante a decantação25

Figura 6. Variação na concentração de P no extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) durante a decantação28

CAPÍTULO 3

Figura 1. Espectro de absorção de luz do azul de molibdênio, nas concentrações equivalentes a 2 e 4 mg L⁻¹ de P, medidos em intervalos de 20 nm e ajuste do zero com solução extratora Mehlich-138

Figura 2. Comparação gráfica entre curvas de calibração completas obtidas a 660 e 720 nm.....40

Figura 3. Comparação gráfica entre meias curvas de calibração obtidas a 660 e 720 nm41

CAPÍTULO 4

Figura 1. Gráficos de regressão linear para os padrões de P da Meia Curva (MC), utilizando metade da quantidade (MQ) e a quantidade total (QT) de reagentes recomendada no método (Teixeira et al., 2017)56

Figura 2. Gráficos de regressão linear para os padrões de P da Curva Completa (CC), utilizando metade da quantidade (MQ) e a quantidade total (QT) de reagentes recomendada no método (Teixeira et al., 2017)57

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE FIGURAS

Figura 3. Gráfico de regressão linear para as absorvâncias dos padrões de P plotando os valores de MQ versus QT, considerando a MC..... 58

Figura 4. Gráfico de regressão linear para as absorvâncias dos padrões de P plotando os valores de MQ versus QT, considerando a CC. 58

CAPÍTULO 5

Figura 1. Teores de P (mg dm^{-3}) no horizonte A de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm) 75

Figura 2. Teores de P (mg dm^{-3}) no horizonte Bt1 de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm) 75

Figura 3. Teores de P (mg dm^{-3}) no horizonte Bt2 de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm) 76

Figura 4. Disponibilidade de fósforo (P) em Cambissolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração 77

Figura 5. Disponibilidade de fósforo (P) em Argissolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração 78

Figura 6. Disponibilidade de fósforo (P) em Latossolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração 78

SUMÁRIO

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL.....1

CAPÍTULO 1.....3

EFEITO DA QUANTIDADE DA MISTURA E DA FILTRAÇÃO NA DISPONIBILIDADE DE FÓSFORO (P) NO EXTRATO DE SOLO OBTIDO COM MEHLICH-1

Francisco de Souza Fadigas

Sandra Maria Conceição Pinheiro

Ivonete Oliveira de Jesus

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521111>

CAPÍTULO 2.....15

DISPONIBILIDADE DE FÓSFORO (P) NO EXTRATO DE SOLO OBTIDO COM MEHLICH-1 EM FUNÇÃO DO TEMPO DE DECANTAÇÃO

Francisco de Souza Fadigas

Sandra Maria Conceição Pinheiro

Glaucia Silva de Jesus Pereira

Luan Silva Sacramento

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521112>

CAPÍTULO 3.....32

CURVA DE ABSORÇÃO E DE CALIBRAÇÃO DO AZUL DE MOLIBDÉNIO NA ANÁLISE DE FÓSFORO NO SOLO

Maria Paula Santa Rita Amancio

Magnison dos Santos

Maria Amelia de Pinho Barbosa Hohlenwerger

Francisco de Souza Fadigas

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521113>

CAPÍTULO 4.....46

REDUÇÃO NA QUANTIDADE DE REAGENTES USADOS NA DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO DO SOLO, EXTRAÍDO COM MEHLICH-1

Francisco de Souza Fadigas

Oldair Vinhas Costa

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521114>

SUMÁRIO

SUMÁRIO

CAPÍTULO 5	65
INTENSIDADE DE AGITAÇÃO NA ETAPA DE EXTRAÇÃO DO FÓSFORO DO SOLO, COM USO DO EXTRATOR MEHLICH-1	
Francisco de Souza Fadigas	
Oldair Vinhas Costa	
Maria Amelia de Pinho Barbosa Hohlenwerger	
Magnison dos Santos	
Maria Paula Santa Rita Amancio	
DOI: https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521115	
CAPÍTULO 6	85
NOTA SOBRE OS CÁLCULOS DA CONCENTRAÇÃO DE P NO SOLO	
Francisco de Souza Fadigas	
DOI: https://doi.org/10.22533/at.ed.3802521116	
ANEXOS	94
SOBRE OS AUTORES	99



INTRODUÇÃO GERAL

O fósforo (P) é reconhecido como um dos nutrientes mais importantes para o desenvolvimento das plantas. É um macronutriente que, frequentemente, limita o crescimento vegetal, sendo requerido em grandes quantidades. Para atender à demanda de P no solo é necessário o uso intensivo de fertilizantes fosfatados, devido à sua baixa disponibilidade natural. Essa limitação é ainda mais acentuada em solos brasileiros, que apresentam, em geral, alta capacidade de adsorção do elemento.

O fósforo, em grande parte dos solos brasileiros, é muito pouco disponível em condições de acidez. Isso ocorre porque esses solos contêm óxidos, oxi-hidróxidos de Fe-Al e materiais amorfos, que fixam o P, reduzindo sua disponibilidade. Em solos tropicais, bastante intemperizados e ricos em óxidos de Fe, parte do P presente torna-se temporariamente indisponível para absorção pelas plantas. Normalmente, em condições de acidez, as superfícies desses óxidos carregam-se positivamente, atraindo ânions, como os fosfatos.

A avaliação da disponibilidade de P no solo é feita por meio da extração do elemento, utilizando diversos métodos de análise. As recomendações das quantidades de fertilizantes a serem aplicadas para cada cultura dependem, em grande parte, da eficiência do método de diagnose em identificar o grau de deficiência do elemento no solo. Os resultados dessa avaliação variam conforme o método de análise empregado, especialmente no que diz respeito ao processo de extração do fósforo. Na literatura específica encontram-se diversas revisões sobre o tema, que detalham os diferentes tipos de extratores, bem como suas vantagens e limitações.

Os métodos de extração de fósforo no solo, de forma geral, podem ser classificados com base na natureza química do extrator, sendo agrupados em: soluções diluídas de ácidos fortes; soluções diluídas de ácidos fortes com adição de íons complexantes; soluções diluídas de ácidos fracos; soluções alcalinas tamponadas; resinas trocadoras de íons; e papel de filtro impregnado com hidróxido férreo (Papel-Fe), entre outros.

Nos laboratórios de análises de solo do Brasil, dois grupos de métodos se destacam na obtenção do P disponível: aqueles que utilizam o extrator Mehlich-1 (M1) e os que empregam a resina trocadora de ânions (RTA). Embora cada método de extração apresente vantagens e desvantagens, o extrator de Mehlich-1 é frequentemente

apontado como tendo algumas limitações. Entre elas, destacam-se a capacidade de dissolver fosfatos naturais e composto formados entre o cálcio (Ca) e o fósforo (P), a redução de sua eficiência na presença de altos teores de argila no solo e sua menor eficácia em solos calcários. Apesar de suas limitações, o método utilizando o extrator Mehlich-1 destaca-se por ser uma técnica simples, de rápida execução e de menor custo em comparação à técnica da resina trocadora de ânions (RTA).

O método da resina trocadora de ânions (RTA) apresenta vantagens significativas, como sua independência em relação ao teor de argila e ao pH do solo, além de oferecer uma melhor correlação entre o fósforo disponível no solo e aquele absorvido pelas plantas. No entanto, esse método também possui limitações, sendo mais complexo de executar, demanda maior tempo para sua realização e possui um custo superior quando comparado ao método de extração com Mehlich-1.

Apesar dos avanços e das contribuições significativas da pesquisa acadêmica e aplicada, a discussão sobre metodologias para extração e quantificação do P no solo ainda está longe de ser encerrada. O aprimoramento dos métodos analíticos para a avaliação da disponibilidade dos nutrientes e de outros parâmetros relacionados com a fertilidade do solo continua constituindo uma importante vertente a ser explorada pela pesquisa científica. Essa busca visa responder a questões persistentes e gerar novas recomendações técnicas para atender às demandas do setor agrícola.



C A P Í T U L O 1

Efeito da quantidade da mistura e da filtração na disponibilidade de fósforo (P) no extrato de solo obtido com Mehlich-1

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Sandra Maria Conceição Pinheiro

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Ivonete Oliveira de Jesus

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: Diversos métodos para extração do fósforo (P) têm sido desenvolvidos e testados nas mais diversas situações na busca por aqueles que resultem na disponibilização de um teor de P equivalente ao que seria extraído pelas plantas cultivadas. Um exemplo é a solução extratora Mehlich 1, que tem sido modificada desde sua versão original proposta por Mehlich (1953). O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito de diferentes quantidades de solução extratora e solo, agitadas em frascos de 125 e 100 mL, como também do uso de filtração do extrato. Amostras de solo foram submetidas a agitação a 180 opm, por 5 minutos, e então decantadas por 16 horas, com 3 repetições. Os tratamentos foram: 10 mL solo:50 mL de solução Mehlich-1 (em Erlenmeyer de 125 mL); 5 mL solo:50 mL de solução Mehlich-1 (em Erlenmeyer de 125 mL) e 2,5 mL solo:50 mL de solução extratora (em Erlenmeyer de 100 mL), sendo estes combinados com filtração e decantação do extrato. As medidas de absorvância foram feitas em espectrofotômetro de absorção molecular a 660 nm, utilizando o método do azul de molibdênio. Os teores de P no extrato, imediatamente após a agitação, com filtração, foram significativamente menores que os obtidos ao final do tempo de decantação, ou seja, sem filtração (16 h). Houve efeito significativo das quantidades de solo e extrator, sendo os valores de P obtidos com a mistura de 10 mL solo:50 mL de solução Mehlich-1 significativamente menores que as demais quantidades. Foram encontradas diferenças nos teores de P entre os diferentes solos estudados. Os resultados indicam que, para a extração somente do

P ou para obtenção de extrato visando a análise multielementar por técnicas como ICP-OES, os volumes de solo e extrator Mehlich-1 podem ser reduzidos.

Palavras-chave: teor de fósforo; extração de fósforo; decantação; agitação.

Effect of mixture quantity and filtration on Phosphorus (P) availability in soil extract obtained using Mehlich-1

Abstract: Several methods for phosphorus (P) extraction have been developed and tested under various conditions in search of those that yield P levels equivalent to the amounts taken up by cultivated plants. One example is the Mehlich-1 extractant solution, which has been modified since its original formulation proposed by Mehlich (1953). This study aimed to evaluate the effect of different volumes of extractant solution and soil, agitated in 125 mL and 100 mL flasks, as well as the use of extract filtration. Soil samples were shaken at 180 rpm for 5 minutes and then allowed to settle for 16 hours, with three replicates. The treatments were: 10 mL soil:50 mL Mehlich-1 solution (in 125 mL Erlenmeyer flasks); 5 mL soil:50 mL Mehlich-1 solution (in 125 mL Erlenmeyer flasks); and 2.5 mL soil:50 mL extractant solution (in 100 mL Erlenmeyer flasks), each combined with either filtration or decantation of the extract. Absorbance was measured at 660 nm in a molecular absorption spectrophotometer using the molybdenum blue method. P concentrations in the extract, measured immediately after shaking with filtration, were significantly lower than those obtained after decantation (16 h), without filtration. Significant effects of soil and extractant volumes were observed, with P concentrations from the 10 mL soil:50 mL Mehlich-1 mixture being significantly lower than those from the other treatments. Differences in P levels were also found among the soils studied. The results indicate that, for extracting only P or for preparing extracts intended for multielement analysis by techniques such as ICP-OES, the volumes of soil and Mehlich-1 extractant can be reduced.

Keywords: phosphorus content; phosphorus extraction; decantation; shaking.

1. INTRODUÇÃO

O método de extração utilizando a solução Mehlich-1 tem sido revisado e adaptado por diversos pesquisadores desde sua proposição inicial. No Brasil, há registro de sua aplicação desde a década de 1960, com a publicação do *Manual de métodos de análise do solo* (Vettori, 1969). Posteriormente, essa metodologia foi incorporada ao *Manual de métodos de análise de solo* (EMBRAPA-SNLCS, 1979; EMBRAPA-CNPS, 1997; Donagema, et al., 2011; Teixeira et al., 2017), como também a outras obras amplamente difundidas em todo território nacional (Tedesco et al., 1995; Silva, 1998; Silva, 2009; Raposo, 2014; Silva, 2018; Meneghetti, 2018; Sá; Guedes, 2023).

A solução extratora Mehlich-1 é composta por uma mistura HCl 0,05 molL⁻¹ + H₂SO₄ 0,0125 molL⁻¹. O método de análise baseado nesta solução também foi chamado de Carolina do Norte ou extrator duplo-ácido. Seu uso na análise de solo visa a extração de fósforo, potássio, sódio e micronutrientes do solo (Silva, 1998; Donagema, et al., 2011). No entanto, a literatura também indica a aplicação desse extrator na obtenção dos teores de P, K, Ca, Mg, Na, Fe, Mn, Cu e Zn a partir de um único extrato de solo, especialmente quando a determinação simultânea é feita por espectrometria de emissão ótica com plasma de acoplamento indutivo (ICP- OES) (Mylavarapu; Miller, 2014; Virginia Cooperative Extension, 2019).

As quantidades de solo e solução extratora Mehlich-1 têm variado ao longo do tempo de uso deste método no Brasil. As primeiras recomendações indicavam a agitação de 10 g de TFSA com 100 ml de solução extratora durante 5 minutos, seguida da filtração em papel filtro isento de fósforo (Vettori, 1969). Posteriormente, a orientação passou a ser colocar 10 mL de terra fina em frasco Erlenmeyer de 125 mL, com a adição de 100 mL da solução extratora Mehlich-1, agitação, decantação por uma noite e, então, coleta do extrato decantado, sem filtração (EMBRAPA-SNLCS, 1979).

Na década de 1990, foi adotada a massa de 5g de solo em Erlenmeyer de 125ml, adicionada de 50 mL de solução extratora e seguida da agitação, decantação por uma noite e, por fim, da coleta de 25 mL do extrato para fins de análise, também sem filtração (EMBRAPA-CNPS, 1997). Neste mesmo período surgiu uma versão alternativa do método, recomendando a medição 3,0 mL de solo, transferência para frasco de 50 mL, adição de 30 mL da solução Mehlich-1, agitação por 5 min a 110-120 opm, repouso de 15 a 18 h e, por fim, a coleta de 3,0 mL do líquido sobrenadante (Tedesco et al., 1995).

A edição de 2011 do *Manual de métodos de análise de solo* manteve as orientações descritas no manual de 1997 (Donagema, et al., 2011). Todavia, em 2017, a quantidade de solo e extrator recomendada passou a ser de 10 g de TFSA para 100 mL de extrator Mehlich-1, em Erlenmeyer de 125 mL (Teixeira et al., 2017). Outras fontes que incluem o extrator Mehlich-1 entre as metodologias para extração do P do solo recomendam usar de 10 mL de solo e 100 mL do extrator em Erlenmeyer de 125 mL, com agitação por 5 min, seguida de decantação por uma noite e posterior coleta do sobrenadante, sem filtração (Silva, 2009). No entanto, o volume do frasco Erlenmeyer e o tempo de agitação pode variar. Há, por exemplo, autores que orientam a transferência de 10 mL de TFSA para Erlenmeyer de 250 mL, com adição de 100 mL de solução extratora, agitação durante 30 minutos em agitador horizontal circular e repouso por uma noite em frasco tampado (Silva, 2018).

A quantidade de solo usada na extração também varia conforme a fonte do método de análise. Uma das recomendações consiste em transferir 5 cm³ de TFSA para Erlenmeyer de 125 mL, adicionar 50 mL da solução Mehlich-1, agitar a 250 rpm durante 5 min e deixar o extrato decantar durante uma noite (Meneghetti, 2018). Entretanto, para esta mesma quantidade de solo e extrator, o tempo e a intensidade de agitação podem ser diferentes. Por exemplo, recomenda-se agitar por 10 minutos em agitador circular horizontal a 200 rpm, deixando em repouso por cerca de 16 h (Sá; Guedes, 2023) ou agitar por 5 min a 180 opm, seguido de repouso por 16 h (Santos et al., 2024).

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito das quantidades de solo e de solução Mehlich-1 na extração do P e a influência da filtração dos extratos no teor de P disponível no solo.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Amostras de terra fina seca ao ar (TFSA) da camada de 0-20 cm, contendo diferentes teores de argila, foram agitadas por 5 min com solução Mehlich 1 (1:10), em mesa agitadora orbital a 180 opm, utilizando de 3 repetições por tratamento. Foram utilizadas amostras de solos representativos dos Tabuleiros Interiores do Recôncavo Baiano, sendo estes: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1). Todas as amostras foram coletadas em áreas da UFRB, das quais quatro compõem uma topossequência situada às margens de uma das estradas de acesso ao açude, na área denominada cascalheira, e outras duas foram coletadas no Núcleo de Engenharia de Água e Solo (NEAS) e em uma encosta próxima a um plantio de eucaliptos, atrás da Escola Municipal Joaquim Mdeiros. Nas Tabelas 1 e 2 são apresentadas algumas características físicas e químicas destes solos.

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (COrg) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade

Solo	Localização		Granulometria (g Kg ⁻¹)			C _{org} (g.kg ⁻¹)
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39' 40,5"	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo

Característica química	Amostra de solo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H_2O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm^{-3})	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm^{-3})	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm^{-3})	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm^{-3})	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+Mg (cmolc dm^{-3})	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm^{-3})	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm^{-3})	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al+H (cmolc dm^{-3})	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB ¹ (cmolc dm^{-3})	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC ² (cmolc dm^{-3})	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V ³ (%)	35	31	27	31	54	20
MO ⁴ (g kg^{-1})	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions; ³V – saturação por bases;

⁴MO – matéria orgânica do solo.

Neste estudo, foram avaliadas as combinações de volume da solução extratora e de solo utilizado durante a agitação das amostras e a capacidade do recipiente (Erlenmeyer) empregado na extração, nas seguintes condições experimentais:

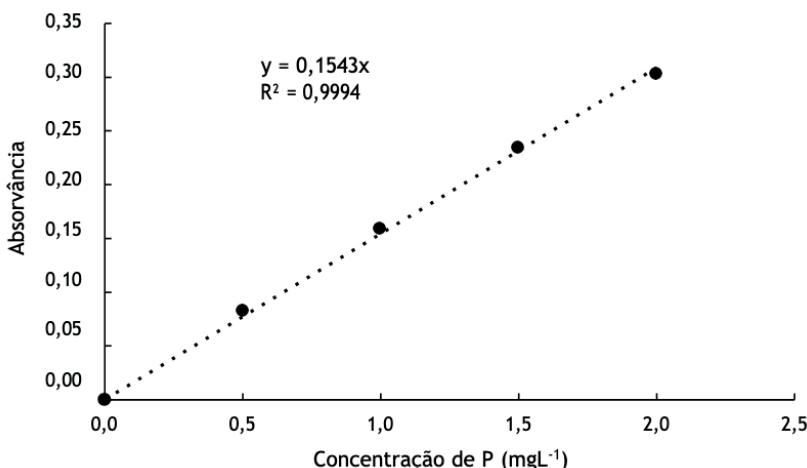
- I **T1** – Extração com 10 mL de terra fina seca ao ar (TFSA) em Erlenmeyer de 125 mL, com adição de 100 mL da solução extratora Mehlich-1 (EMBRAPA-SNLCS, 1979; Silva, 2009);
- I **T2** – Extração com 5 mL de TFSA e 50 mL da solução Mehlich-1 em Erlenmeyer de 125 mL (Meneghetti, 2018; Sá; Guedes, 2023);
- I **T3** – Extração com 2,5 mL de TFSA e 25 mL da solução extratora em Erlenmeyer de 100 mL (Santos *et al.*, 2024).

Em todos os tratamentos, foi mantida constante a proporção solo:extrator de 1:10.

Neste estudo também foi avaliado o efeito da filtração dos extratos, após agitação, e da decantação por 16 horas (condição de obtenção). O extrato filtrado foi obtido com auxílio de discos de papel qualitativo, com 9 cm de diâmetro e gramatura de 80 g.m², previamente lavados com AlCl₃ a 0,2 %, seguidos de lavagem com água deionizada (Mehlich, 1984).

A quantificação do P ($P \text{ mg dm}^{-3}$) nos extratos de solo foi realizada pelo método do azul de molibdênio. As misturas para leitura foram preparadas em tubos de vidro, com tampa rosqueada de 15 mL, contendo 2,5 mL do extrato filtrado ou decantado, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. As leituras de absorbância foram realizadas entre 30 e 60 minutos após a adição do ácido ascórbico, utilizando um espectrofotômetro UV-VIS ajustado para 660 nm. A curva de calibração foi construída com os padrões de concentração 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P (Figura 1), que correspondem à metade dos teores citados por Teixeira *et al.* (2017). O limite de detecção do método (LD) foi calculado com base nas leituras das absorbâncias dos brancos (b), usando a expressão “ $b + 3s$ ” (Thompson *et al.*, 2002).

Figura 1. Curva de calibração para o fósforo (P) obtida pelo método do azul de molibdênio com absorbâncias medidas a 660 nm



Autor: Francisco Fadigas (2025)

Para avaliar o efeito das quantidades de solo e de solução Mehlich-1 na extração do P e a influência da filtração dos extratos no teor de P disponível no solo, aplicou-se a análise das Variâncias (ANOVA) sob um esquema fatorial, distribuído em um delineamento inteiramente casualizado (DIC). O esquema fatorial foi aplicado por permitir o estudo simultâneo dos efeitos das quantidades de solo e de solução Mehlich-1 e da influência da filtração dos extratos sobre o teor de P disponível no solo. As análises foram realizadas com o uso do software RStudio, versão livre 2025.05.0, através do pacote ExpDes.pt (Ferreira *et al.*, 2011). Após a realização da ANOVA, as comparações de todas as possíveis combinações das médias dos fatores foram feitas através do teste de Tukey, que ajudou a identificar quais grupos específicos têm diferenças significativas entre suas médias. O nível de significância adotado para todos os testes foi de 5%.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O processo de extração do P envolve a mobilização do elemento que se encontra na fase sólida do solo e o estabelecimento de um equilíbrio dinâmico entre o P que está na fase sólida e a solução extratora. As características químicas da solução extratora, bem como os procedimentos operacionais definidos em cada metodologia de extração e de determinação podem influenciar grandemente os resultados analíticos encontrados.

Na Tabela 3, são mostrados os resultados da análise de variância (ANOVA) para os efeitos dos principais fatores estudados, exceto o fator tipo de solo. Os resultados mostram que houve diferenças significativas entre os teores de P obtidos com a utilização de diferentes volumes das combinações de extrator e solo. Foi também encontrada diferença estatística para o efeito da filtração dos extratos, quando comparada com a decantação por 16 h.

Tabela 3. ANOVA – Análise de variância para os teores de P em função do volume solo-extrator e da condição em que os extratos foram obtidos

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Intercepto	1308,730	1	1308,730	457,4367	0,0000
Volume	126,171	2	63,086	22,0501	0,0000
Condição	39,437	1	39,437	13,7843	0,0003
Volume*Condição	2,254	2	1,127	0,3939	0,6754
Resíduo	291,823	102	2,861		

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025) Nota: Condição – filtrado ou decantado; Volume – combinações de volume de solo, volume de extrator e volume do Erlenmeyer.

Entre as diversas versões do método de extração com Mehlich-1, adaptadas a partir da proposição original, as quantidades de solução extratora e solo para fins de obtenção do extrato contendo o P do solo varia grandemente (Vettori, 1969; EMBRAPA-SNLCS, 1979; Silva, 2009; Meneghetti, 2018; Sá; Guedes, 2023; Santos et al., 2024). Todavia, este estudo mostra que nem todas as combinações de volume de extrator e solo mencionadas na literatura resultam em igual taxa de recuperação do P. Uma questão a ser considerada é a relação entre o volume total da mistura e o volume do frasco usado na agitação das amostras.

Segundo o *Manual de métodos de análise de solo* (EMBRAPA-SNLCS, 1979) e o *Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes* (Silva, 2009) deve-se utilizar um volume de 10 mL de solo e 100 mL do extrator em Erlenmeyer de 125 mL, com agitação por 5 min. Todavia, os dados obtidos neste estudo mostram que esta combinação de volumes resulta em menores concentrações de P no extrato, subestimando o teor de P nas amostras de solo (Tabela 4). Uma possível explicação

para estes resultados é o fato de o espaço interno do Erlenmeyer de 125 mL estar, em sua maior parte (cerca de 80% do volume total), ocupado com a mistura solo-extrator, impedindo assim que haja o movimento orbital característico do líquido durante a agitação em mesa agitadora a 180 opm. Uma possível alternativa para contornar essa limitação seria utilizar 10 mL de TFSA em Erlenmeyer de 250 mL, com adição de 100 mL de solução extratora, conforme recomendado por Silva (2018). Todavia, neste estudo, tal tratamento não foi incluído, não havendo a possibilidade de avaliar se, de fato, esta alternativa seria tecnicamente viável.

Tabela 4. Comparação de médias do teor de P entre as combinações de volume de solo e extrator em função da filtração e decantação do extrato de solo

Condição	T1 (b)	T2 (a)	T3 (a)
Filtrado (b)	1,5	3,6	3,5
Decantado (a)	2,4	4,8	5,1

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota 1: T1 = 10 mL de solo e 100 mL do extrator em Erlenmeyer de 125 mL(T1); T2 = 5 mL de TFSA e 50 mL da solução Mehlich-1 em Erlenmeyer de 125 mL; T3 = 2,5 mL de TFSA e 25 mL da solução extratora em Erlenmeyer de 100 mL.

Nota 2: Letras minúsculas distintas dentro dos níveis do Fator 1 (Condição) e minúsculas em itálico distintas dentro dos níveis do Fator 2 (Volume) indicam diferenças significativas das médias de P pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

O uso da mistura contendo 10 mL de solo e 100 mL do extrator em Erlenmeyer de 125 mL (T1) resultou em menores teores de P nas amostras de solo estudadas, quando comparado às demais combinações de solo e extrator (5 mL de TFSA e 50 mL da solução Mehlich-1 em Erlenmeyer de 125 mL e 2,5 mL de TFSA e 25 mL da solução extratora em Erlenmeyer de 100 mL), tanto no extrato filtrado como no decantado (Tabela 4).

Os resultados da análise estatística, realizada com o teste de comparação de médias de Tukey, indicam que não houve diferenças significativas nos teores de P do solo entre as combinações de 5 mL de TFSA com 50 mL da solução Mehlich-1 em Erlenmeyer de 125 mL (T2) e 2,5 mL de TFSA com 25 mL da solução extratora em Erlenmeyer de 100 mL (T3). Acredita-se que, nesses tratamentos, a intensidade de agitação da mesa orbital e o volume interno livre no Erlenmeyer sejam suficientes para produzir o movimento rotatório da mistura no interior do frasco, resultando assim em teores similares de P no extrato e nos solos analisados em ambas as condições experimentais.

A Tabela 5 apresenta os resultados da análise de variância (ANOVA) para os efeitos dos fatores estudados, incluindo o fator tipo de solo. Os resultados indicaram diferenças significativas nos teores de P em função do tipo de solo, dos diferentes

volumes das combinações de extrator e solo e do efeito da filtração dos extratos quando comparados à decantação por 16 horas. Todas as interações entre os fatores apresentaram diferenças estatisticamente significativas, e foram consideradas no teste de comparação entre os teores médios de P.

Tabela 5. Análise de variância para os teores de P em função do tipo de solo, volume da mistura solo-extrator e do uso de filtração

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Intercepto	1308,730	1	1308,730	5170,011	0,00000
Solo	203,438	5	40,688	160,732	0,00000
Volume	126,171	2	63,086	249,214	0,00000
Condição	39,437	1	39,437	155,792	0,00000
Solo*Volume	27,664	10	2,766	10,928	0,00000
Solo*Condição	32,521	5	6,504	25,694	0,00000
Volume*Condição	2,254	2	1,127	4,452	0,01503
Solo*Volume*Condição	9,974	10	0,997	3,940	0,00026
Resíduo	18,226	72	0,253		

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota: Condição – filtrado ou decantado; Volume – combinações de volume de solo e extrator Mehlich-1 e volume do Erlenmeyer.

Embora alguns autores recomendem a filtração do extrato logo após a agitação, quando se pretende fazer a determinação do P e de outros elementos como K, Ca, Mg, Na, Fe, Mn, Cu e Zn no mesmo extrato (Mylavapu; Miller, 2014; Virginia Cooperative Extension, 2019), neste estudo, os teores de P no solo foram significativamente menores quando a determinação foi efetuada nos extratos filtrados, em relação aos extratos obtidos por decantação, independentemente do volume de extrator e solo utilizado na etapa de extração (Tabela 6). Desse modo, pode-se concluir que o tempo de contato entre solo e extrator, durante a agitação das amostras (5 min), não é suficiente para que todo o P potencialmente extraível seja deslocado para a solução (extrato). Mesmo considerando a possibilidade de readsorção do P ao longo do tempo de decantação (Tiecher, 2015; Meurer, 2017), os teores de P após decantação foram, na maioria dos solos, superiores aos teores obtidos com extratos recém filtrados (Tabela 6).

Tabela 6. Comparação de médias dos teores de P nos solos considerando as combinações de volume em amostras filtradas e decantadas

Solo	T1		T2		T3	
	Filtrado	Decantado	Filtrado	Decantado	Filtrado	Decantado
CXve	1,8 ab b B	2,6 b b A	4,2 a a A	4,5 c a A	4,5 ab a A	5,0 c a A
CXbd2	1,8 ab b B	2,9 ab c A	4,1 a a B	5,8 b b A	3,7 b a B	7,0 b a A
PAdx	1,6 ab b B	2,4 b b A	4,0 a a A	4,3 c a A	3,7 b a A	3,2 d b A
PACdx	1,1 ab b A	1,8 bc b A	2,6 b a B	3,6 c a A	2,4 c a B	4,0 cd a A
LADx2	2,2 a b B	3,8 a b A	4,9 a a B	8,7 a a A	5,3 a a B	9,6 a a A
LAdx1	0,7 b a A	0,8 c a A	1,5 b a A	1,7 d a A	1,6 c a A	1,8 e b A

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota 1: Médias seguidas de letras minúsculas correspondem a comparação dos níveis do Fator 1 (Solo).

Nota 2: Médias seguidas de letras minúsculas em itálico correspondem a comparação dos níveis do Fator 2 (Volume).

Nota 3: Médias seguidas de letras maiúsculas correspondem a comparação dos níveis do Fator 3 (Filtração/Decantação).

Nota 4: Letras distintas, dentro de cada Fator, considerando os demais fatores fixos, indicam diferenças significativas das médias de P pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

4. CONCLUSÃO

Quando o interesse da análise for a determinação multielementar ou somente a do fósforo isoladamente, recomenda-se utilizar menores volumes de solo (5 ou 2,5 mL para cada 50 ou 25 mL do extrator).

O uso da filtração resulta em menores teores de fósforo no extrato, devendo-se avaliar previamente a conveniência em adotar essa prática.

5. REFERÊNCIAS

DONAGEMA, G. K. et al. (orgs). **Manual de métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, RJ: Embrapa Solos, 2011. 230p. (Documentos / Embrapa Solos, ISSN 1517-2627; 132).

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. atual. Rio de Janeiro, RJ: Centro Nacional de Pesquisa de Solos, 1997. 212p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 1)

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, RJ: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

FERREIRA, E. B.; CAVALCANTI, P. P.; NOGUEIRA, D. A. **ExpDes.pt**: Experimental Designs (Portuguese). R package version 1.2.0. 2011. Disponível em: <https://CRAN.R-project.org/package=ExpDes.pt>. Acesso em: 20 jun. 2025.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄ 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. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 15, p. 1409-1416, 1984.

MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes**. Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252p.

MEURER, E. J. **Fundamentos de Química do Solo**. 6. ed. Porto Alegre: Evangraf, 2017.

MYLAVARAPU, R.; MILLER, R. Mehlich-1. In: SIKORA, F. J.; MOORE, K. P. (eds.). **Soil test methods from the southeastern United States**. Virginia, USA: Southern Cooperative Series Bulletin, n. 419, 2014. p. 95-100.

RAPOSO, R. W. C. **Metodologias para análise química da fertilidade e salinidade do solo e água**. Areia, PB: UFPB, 2014. 66p.

SÁ, L. P.; GUEDES, J. N. **Manual de rotina**: um guia prático para análises de solos, água, tecido vegetal, biofertilizantes e corretivos. Montes Claros, MG: Editora do IFNMG, 2023. 67p.

SANTOS, M.; AMANCIO, M. P. S. R; FADIGAS, F. S.; COSTA; O. D. V.; HOHLENWERGER, M. A. P. B. Efeito da intensidade de agitação no processo de obtenção do extrato para a análise de fósforo no solo, com extrator Mehlich 1. In: **Reconcitec 2024**. Universidade Federal do Recôncavo da Bahia. Cruz das Almas: UFRB, 2024. ISBN: 978-65-87743-95-0

SILVA, F. C. da. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

SILVA, F. C. et al. **Manual de métodos de para avaliação da fertilidade do solo**. Rio de Janeiro RJ: EMBRAPA-CNPS, 1998. 56p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 3).

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167p.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report). **Pure Appl. Chem.**, v. 74, n. 5, p. 835–855, 2002.

TIECHER, T. **A química antes da química do solo**. Porto Alegre, RS: URI – Frederico Westph, 2015. [recurso eletrônico].

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro, RJ: Ministério da Agricultura, 1969. 34p. (Boletim Técnico n. 7).

VIRGINIA COOPERATIVE EXTENSION. **Virginia Tech Soil Testing Laboratory**. Virginia State University, 2019. Disponível em <http://www.ext.vt.edu>. Acesso em: 04 abr. 2025.



C A P Í T U L O 2

Disponibilidade de fósforo (P) no extrato de solo obtido com Mehlich-1 em função do tempo de decantação

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Sandra Maria Conceição Pinheiro

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Glaucia Silva de Jesus Pereira

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Luan Silva Sacramento

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: A extração de fósforo de amostras de solo utilizando a solução extratora Mehlich-1 tem sido amplamente estudada e modificada desde sua versão original formulada por Mehlich (1953). Uma das etapas que demanda maior aprofundamento é a decantação dos extratos, necessária para a posterior determinação do teor de fósforo. Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito do tempo de decantação e da filtração dos extratos sobre o teor de P no solo, bem como sobre a turbidez e a acidez dos extratos durante a etapa de decantação. Foram analisadas amostras da camada de 0-20 cm de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx). As amostras foram agitadas por 5 min com solução Mehlich 1 (relação solo:extrator de 1:10) em mesa agitadora orbital a 180 opm e, então, decantadas por até 16 horas, com 3 repetições. Foram medidas a turbidez dos extratos (NTU), o teor de P (mg dm^{-3}) em extratos filtrados e não filtrados, o pH e a acidez titulável dos extratos. Observou-se que a turbidez dos extratos diminuiu progressivamente com o tempo de decantação. Os teores de P no extrato aumentaram ao longo do tempo de decantação em ambos os solos, indicando que a solução Mehlich-1 extrai continuamente o P do solo durante a decantação do extrato. O pH dos extratos sofreu pequenas variações durante a

decantação, o mesmo acontecendo em relação à acidez titulável. Com base na redução da turbidez e na estabilização dos teores de fósforo, os resultados indicam que um tempo mínimo de decantação entre 10 e 12 horas é suficiente para a obtenção de extratos límpidos. Nesta condição, o uso da filtração torna-se opcional.

Palavras-chave: teor de fósforo, extração de fósforo, filtração, turbidez.

Availability of phosphorus (P) in soil extract obtained with Mehlich-1 as a function of settling time

Abstract: The extraction of phosphorus from soil samples using the Mehlich-1 extractant solution has been widely studied and modified since its original formulation by Mehlich (1953). One of the stages that requires further investigation is the decantation of the extracts, which is necessary for the subsequent determination of phosphorus content. This study aimed to evaluate the effect of decantation time and extract filtration on soil phosphorus content, as well as on the turbidity and acidity of the extracts during the decantation stage. Samples from the 0–20 cm layer of a Petroplinthic Dystric Cambisol Loamic and a Xanthic Ferralsol Loamic Densic Dystric were analyzed. The samples were shaken for 5 minutes with Mehlich-1 solution (soil-to-extractant ratio of 1:10) on an orbital shaker at 180 rpm and then decanted for up to 16 hours, with 3 replications. The turbidity of the extracts (NTU), the phosphorus content (mg dm^{-3}) in filtered and unfiltered extracts, the pH, and the titratable acidity of the extracts were measured. It was observed that the turbidity of the extracts progressively decreased with decantation time. Phosphorus concentrations in the extract increased over the decantation period in both soils, indicating that the Mehlich-1 solution continues to extract phosphorus from the soil during extract decantation. The pH of the extracts showed slight variation during decantation, as did the titratable acidity. Based on the reduction in turbidity and the stabilization of phosphorus levels, the results indicate that a minimum decantation time of 10 to 12 hours is sufficient to obtain clear extracts. Under this condition, filtration becomes optional.

Keywords: phosphorus content, phosphorus extraction, filtration, turbidity.

1. INTRODUÇÃO

A extração de fósforo de amostras de solo usando a solução extratora Mehlich-1 tem sido amplamente estudada e modificada ao longo do tempo, desde sua formulação original proposta por Mehlich (1953). Para o método de extração de fósforo (P) descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017), bem como em outras fontes, se recomenda agitar a suspensão solo e extrator por 5 min e deixar decantar por 16 horas - período equivalente a uma noite - antes de pipetar o sobrenadante (Silva, 2009; Raposo, 2014; Silva, 2018; Meneghetti, 2018; Sá; Guedes, 2023).

A decantação tem como objetivo obter extratos límpidos, o que é essencial para a etapa seguinte de determinação do teor de P no extrato de solo por espectrofotometria de absorção molecular, pelo método do azul de molibdênio (Sobral, 2016). No entanto, há indicações na literatura que recomendam a filtração do extrato logo após a agitação, quando se pretende fazer a determinação do P e de outros elementos como K, Ca, Mg, Na, Fe, Mn, Cu e Zn em um único extrato, por meio da técnica de espectrometria de emissão ótica com plasma de acoplamento indutivo (ICP-AES). (Mylavarapu; Miller, 2014; Virginia Cooperative Extension, 2019).

A extração com a solução Mehlich-1, cujo pH é de aproximadamente 1,2 (Mylavarapu; Miller, 2014), destaca-se entre os métodos ácidos de extração de P disponível, devido à sua simplicidade e, principalmente, por permitir a obtenção de extratos límpidos por decantação, dispensando o uso de papel de filtro (Raij *et al.*, 1984; Raij *et al.*, 1987; Tedesco *et al.*, 1995). Além disso, o método apresenta ainda como vantagens a facilidade de execução e o baixo custo analítico, quando comparado com metodologias de extração mais complexas.

O método de extração com solução Mehlich-1 baseia-se na dissolução de minerais do solo contendo P e/ou no deslocamento desse elemento que se encontra adsorvido nas superfícies sólidas do solo para a solução, por ânions capazes de competir com o P pelos sítios de retenção (Teixeira *et al.*, 2017). O mecanismo de dessorção/extração é baseado na solubilização do P por efeito do pH, que se situa entre 2 e 3 no extrato, sendo o papel do SO₄-2 restringir o processo de readsorção dos fosfatos recém-extraídos da fase sólida do solo (Silva, 2009). Na extração com Mehlich-1 há possibilidade de haver readsorção de parte do P extraído durante as 16 horas de decantação (Gatiboni *et al.*, 2005; Steiner *et al.*, 2012), fenômeno este de ocorrência menos expressiva quando se usa outros extractores. A adsorção de P durante o processo de extração do Mehlich-1 é um fenômeno conhecido como quimissorção, no qual, após a dessorção, parte do P extraído retorna aos sítios de adsorção por afinidade química entre estes (Meurer, 2017).

O fósforo no solo encontra-se na solução como íons ortofosfatos, derivados do ácido ortofosfórico (H₃PO₄), que pode ocorrer no solo em formas orgânicas ou inorgânicas, e a disponibilidade da forma inorgânica é maior com o aumento no teor de matéria orgânica no solo e com a diminuição do pH (Tiecher *et al.*, 2023). Maior teor de matéria orgânica no solo contribui para reduzir a sorção de fósforo nos solos, aumentando sua disponibilidade para as plantas (Cardoso, 2021).

Extractores ácidos, como o Mehlich-1, atuam solubilizando as formas de fosfato ligadas ao Cálcio (P-Ca) em proporção maior que as formas ligadas ao Ferro (P-Fe) e ao Alumínio (P-Al) (Freitas, 2012; Meneghetti, 2018). Por este motivo, Raij *et al.* (1984) recomendam que os extractores ácidos sejam pouco utilizados para avaliar o P disponível em solos com predominância das formas P-Ca, em suas condições naturais, ou naqueles que receberam fosfatos naturais.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do tempo de decantação e da filtração das amostras no teor de P no extrato de solo, como também avaliar a variação da turbidez e do pH dos extratos durante a decantação.

2. MATERIAL E MÉTODOS

As amostras de solo foram secas em estufa a 40°C, destorroadas e passadas em peneira de 2 mm de abertura de malha, para obtenção da terra fina seca ao ar (TFSA). Embora o método descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017) recomende tomar 5 g de solo (TFSA), nestes ensaios foram utilizadas amostras de 5 cm⁻³, medidas em cachimbo coletor, a fim de facilitar a comparação com outros resultados descritos na literatura. A etapa de extração foi conduzida em mesa agitadora orbital programável, a 180 opm, por 5 min, sendo utilizados Erlenmeyer de 125 mL contendo 50 mL da solução extratora Mehlich-1 e 5 cm⁻³ de solo. Foram utilizadas três repetições por tratamento.

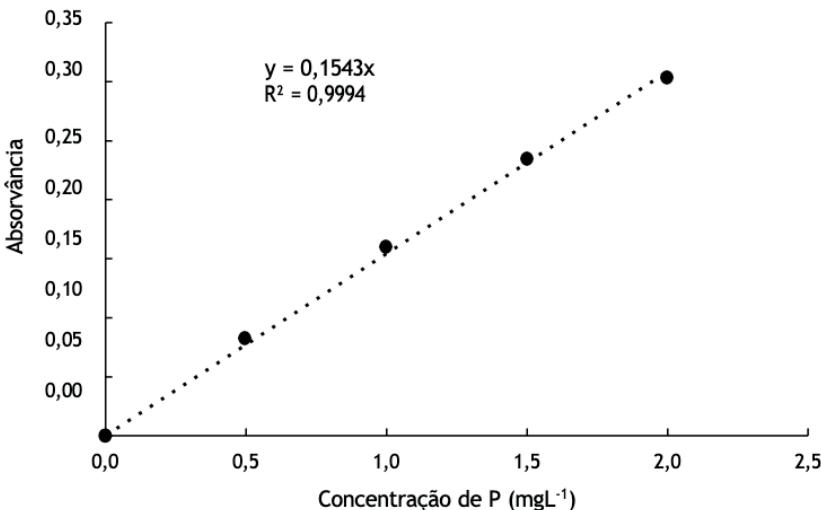
Para avaliar o efeito dos tratamentos, foram coletadas amostras de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, na profundidade de 0 a 20 cm. Os solos selecionados foram um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx). As Tabelas 1 e 2 apresentam algumas das principais características físicas e químicas desses solos.

Experimento 1. Neste estudo, determinou-se a turbidez dos extratos no tempo inicial, 2 horas após agitação e, posteriormente, a cada 2 horas, até atingir o tempo máximo de 16 horas de decantação. As medidas foram feitas em turbidímetro calibrado com os padrões 0,1, 10, 100 e 1000 NTU (Unidade Nefelométrica de Turbidez). Logo após a medição da turbidez, os extratos de solo foram filtrados em filtros de papel qualitativo com 9 cm de diâmetro e gramatura de 80 g.m⁻², previamente lavados com AlCl₃ a 0,2 % (Mehlich, 1984) e, em seguida, submetidos a lavagem com água deionizada. Uma segunda alíquota do extrato não filtrado foi coletada a cada intervalo de tempo (2 horas) para a dosagem do teor de Fósforo

(P). A determinação do P foi realizada por espectrofotometria de absorção molecular a 660 nm, usando o método do azul de molibdênio. O ajuste do zero do aparelho foi feito com o branco do reagente (solução extratora + molibdato diluído + ácido ascórbico).

As soluções para extração e quantificação de P foram preparadas segundo orientações contidas no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017), sendo a curva de calibração obtida com os padrões de concentração 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P (Figura 1) As misturas para leitura das absorbâncias foram preparadas em tubos de vidro de 15 mL com tampa rosqueada, contendo 2,5 mL do extrato de solo, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico.

Figura 1. Curva de calibração para o fósforo (P) obtida pelo método do azul de molibdênio com absorbâncias medidas a 660 nm



Autor: Francisco Fadigas (2025)

Os resultados das medidas da turbidez e dos teores de P no solo foram submetidos a uma análise de regressão, utilizando a planilha eletrônica Excel (Microsoft Corporation, 2024). Os teores de P no solo também foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA), adotando-se um esquema fatorial em delineamento inteiramente casualizado (DIC). As comparações entre todas as possíveis combinações das médias dos fatores foram realizadas pelo teste de Tukey, permitindo a identificação de diferenças significativas entre grupos específicos. Para todas as análises estatísticas, adotou-se um nível de significância de 5%. Os procedimentos foram conduzidos no software RStudio (versão 2025.05.0, de distribuição gratuita), com o auxílio do pacote ExpDes.pt (Ferreira et al., 2025).

Experimento 2. No segundo estudo foram avaliadas a variação do pH, a acidez titulável (cmolc L^{-1}) e o teor de P (mg L^{-1}), exclusivamente nos extratos obtidos por decantação. As análises foram conduzidas em intervalos de 4 horas, até completar 24 horas de decantação, com três repetições. Foram mantidas as mesmas amostras de solos e as condições experimentais previamente adotadas no Experimento 1. As determinações de pH foram efetuadas em pHmetro de bancada, utilizando alíquotas de 5 mL do extrato decantado. A acidez titulável foi quantificada por titulação de 2,5 mL do extrato de solo com solução padrão de NaOH 0,1000 molL $^{-1}$, empregando-se fenolftaleína a 0,5 % como indicador. Os resultados obtidos para acidez foram expressos em molL $^{-1}$.

Assim como no Experimento 1, os teores de P no solo foram submetidos à análise de variância (ANOVA), utilizando-se um esquema fatorial em delineamento inteiramente casualizado (DIC). As médias dos tratamentos foram comparadas por meio do teste de Tukey, com o objetivo de identificar diferenças significativas entre os grupos. Adotou-se o nível de significância de 5% para todas as análises estatísticas. As análises foram realizadas no software RStudio (versão 2025.05.0, de uso gratuito), com o suporte do pacote ExpDes.pt (Ferreira *et al.*, 2011). Um estudo de regressão linear foi aplicado aos resultados para descrever a variação do teor de P nos solos, ao longo do tempo de decantação, utilizando a planilha eletrônica Excel (Microsoft Corporation, 2024).

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C_{Org}) na camada de 0 a 20 cm de profundidade dos solos utilizados no estudo

Solo	Localização (Coordenadas Geográficas)	Granulometria			C _{Org} (g.Kg ⁻¹)
		Argila	Silte	Areia	
CXbd	S 12°39' 40,5" W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
LAdx2	S 12°39'42,4" W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0

Autor: Francisco Fadigas (2025)

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo

Característica química	Amostra de solo	
	CXbd	LAdx2
pH (H ₂ O)	4,5	5,2
P (mg dm ⁻³)	5,0	5,0
K (cmolc dm ⁻³)	0,18	0,14
Ca (cmolc dm ⁻³)	0,94	2,36
Mg (cmolc dm ⁻³)	0,64	0,90
Ca+ Mg (cmolc dm ⁻³)	1,57	3,26
Al (cmolc dm ⁻³)	1,0	0,2
Na (cmolc dm ⁻³)	0,03	0,02
Al + H (cmolc dm ⁻³)	3,96	2,88
SB ¹ (cmolc dm ⁻³)	1,78	3,42
CTC ² (cmolc dm ⁻³)	5,74	6,30
V ³ (%)	31	54
MO ⁴ (g kg ⁻¹)	13,0	19,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions; ³V – saturação por bases;

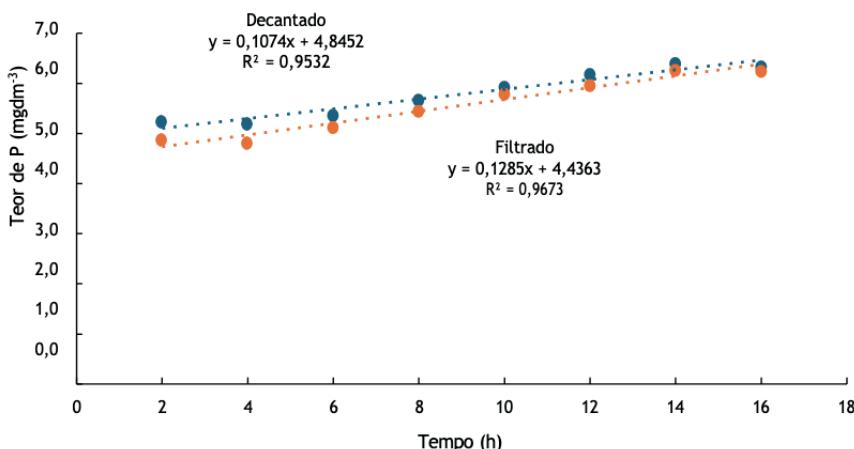
⁴MO – matéria orgânica do solo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Efeito da decantação dos extratos por 16 h, com e sem filtração.

Nas Figuras 2 e 3 é apresentada a variação do teor de P em função do tempo de decantação para os solos em estudo. Os teores de P no extrato do Cambissolo, 2 h após a agitação das amostras, foram maiores que os obtidos ao longo do tempo de decantação, o que provavelmente ocorreu devido à presença de partículas em suspensão no extrato de solo, mesmo quando o extrato foi submetido à filtração. Os teores de P no extrato a partir de 10 h de decantação foram muito próximos, com e sem filtração, sofrendo uma pequena variação a partir desse tempo (Figura 2), mas continuaram aumentando até as 16 h de observação.

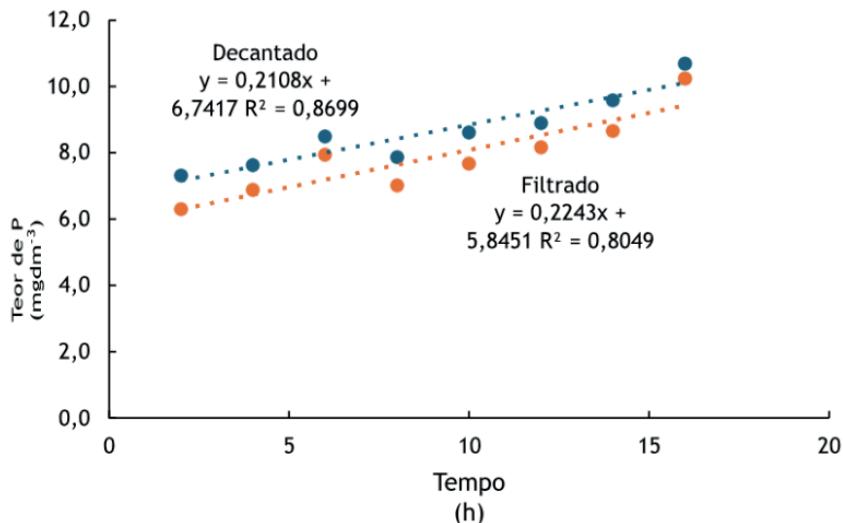
Figura 2. Variação na concentração de P em função do tempo de decantação do extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petróplítico (CXbd)



Autor: Francisco Fadigas (2025)

No Latossolo, os teores de P continuaram aumentando desde 2 horas após agitação até as 16 h de decantação (Figura 3). Os resultados indicam que a solução Mehlich-1 continua extraíndo mais P ao longo do tempo de decantação, o que contraria a ideia geral de que ocorreria readsorção do P durante o repouso do extrato (Freitas, 2012). Em solos altamente intemperizados, de carga variável e ricos em argilominerais 1:1 e óxidos, quando o pH está abaixo do ponto de carga zero (PCZ) do solo, as cargas são predominantemente positivas, criando condições que favorecem a fixação dos fosfatos (Tiecher, 2015), o que não ocorreu com os solos deste estudo. Na quimissorção de ânions ou adsorção específica, há alta especificidade entre o grupo funcional da superfície dos coloides do solo e o ânion, com tendência à irreversibilidade, sendo a reação favorecida em condições de pH ácido (Tiecher et al., 2023).

Figura 3. Variação na concentração de P em função do tempo de decantação do extrato de um Latossolo Amarelo Distroesco argissólico (LAdx)



Autor: Francisco Fadigas (2025)

Diversos autores argumentam sobre a possibilidade de perda do poder de extração da solução Mehlich-1 (que possui um pH de 1,2 em uma solução não tamponada) em função de dois fatores: o primeiro é o pH da suspensão solo-extrator, que, nos solos mais argilosos, eleva-se rapidamente, aproximando-se do pH do solo, resultando em menor dissolução das formas solúveis em meio ácido, como o P-Ca. A segunda razão é o consumo do SO_4^{2-} , que, em solos mais argilosos, pode ocupar sítios de adsorção ainda não ocupados pelo fosfato, reduzindo o poder de extração (Gatiboni *et al.*, 2005; Novais *et al.*, 2007; Freitas, 2012), além de ter como função evitar a readsorção do P recém extraído. Todavia, o Latossolo em estudo possui um teor de argila relativamente baixo (243 g kg⁻¹), não havendo, neste caso, perda do poder de extração da solução Mehlich-1 por efeito do tamponamento do solo ou do excesso de argila. Os dados sugerem que outras formas de P no solo vão sendo solubilizadas ao longo do tempo de decantação, além daquelas que são prontamente dessorvidas ou extraídas por dissolução logo após a agitação das amostras de solos com a solução Mehlich-1. Como os Latossolos do Recôncavo baiano são solos bastante intemperizados (Moreau *et al.*, 2006), é provável que a presença das formas P-Ca já tenha sido amplamente reduzida. Dessa forma, por se tratar de um extrator ácido, é possível que sua ação continue ocorrendo sobre as formas de P não-lábeis ligadas ao Fe e ao Al (Freitas, 2012; Meneghetti, 2018), elevando assim continuamente o teor de P no extrato durante as 16 horas de repouso. Santos *et al.* (2008), trabalhando com a cultura do milho em um Argissolo Vermelho distrófico

típico de textura argilosa (540 g kg⁻¹), concluiu que o solo apresentou maior teor de P no compartimento não-lábil e que este compartimento pode contribuir para o suprimento de P para a cultura.

As análises de variância dos teores de P encontrados nas amostras de solo revelam que há diferenças estatisticamente significativas em relação ao tempo de decantação e ao uso de filtração (com e sem) em ambos os solos estudados. Por outro lado, a interação entre tempo de decantação e filtração apresentou diferença estatisticamente significativa apenas no Cambissolo. As Tabelas 3 e 4 apresentam as comparações das médias dos teores de fósforo (P), realizadas pelo teste de Tukey a 5% de significância, para o Cambissolo e o Latossolo, respectivamente.

Considerando a decantação com filtração do extrato do Cambissolo, observa-se que o teor de P nos tempos 14 e 16 h foram maiores que os demais e não diferem entre si (Tabela 3). O menor teor de P foi encontrado 6 h após a extração e difere do teor médio de todos os demais tempos, embora seja muito próximo do valor encontrado após 8 h. Não houve diferença significativa entre os teores de P obtidos nos tempos 10 e 12 h, ocasião em que a turbidez já havia sido bastante reduzida (Figuras 4 e 5).

Ao analisar os resultados obtidos para o extrato decantado sem filtração, verificou-se que o teor médio de P no início da decantação, ou seja, após 2 h, foi superior aos demais tempos, diferindo estatisticamente das médias dos demais tempos de decantação. Este resultado sugere interferência do material particulado em suspensão na medida da absorvância, resultando em um teor de P superestimado. Os teores de P nos tempos 12, 14 e 16 h não diferiram entre si, mas foram superiores aos encontrados após 10 h de decantação, comportamento distinto do observado na decantação com filtração.

Tabela 3. Comparação de médias¹ para o teor de P no Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) em função do tempo de decantação do extrato, com e sem filtração

Tempo de decantação (h)	P (mg dm ⁻³) Com filtração	Tempo de decantação (h)	P (mg dm ⁻³) Sem filtração
14	6,3 a	2	6,8 a
16	6,2 a	14	6,4 b
12	6,0 b	16	6,3 b
10	5,8 bc	4	6,3 b
4	5,6 cd	12	6,2 b
2	5,5 d	10	5,9 c
8	5,4 d	8	5,7 d
6	5,1 e	6	5,4 e

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota: ¹ Médias seguidas das mesmas letras, na vertical, não diferem significativamente entre si pelo Teste de Tukey a um nível de 5 % de significância.

Diferentemente do verificado no Cambissolo, nas amostras de Latossolo não foi observada interação significativa entre o tempo de decantação e o uso da filtração dos extratos (Tabela 4). De acordo com os resultados do teste de Tukey, o maior teor de fósforo (P) foi obtido após 16 horas de decantação, diferindo significativamente de todos os demais tempos. Após 10 horas de decantação, o teor de P não diferiu daquele obtido com 12 horas, comportamento semelhante ao observado no Cambissolo.

Tabela 4. Comparação de médias¹ para o teor de P de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) em função do tempo de decantação do extrato

Tempo de decantação (h)	P (mg L ⁻¹)
16	10,5 a
14	9,1 b
12	8,5 bc
6	8,2 bcd
10	8,1 cde
8	7,4 def
4	7,3 ef
2	6,8 f

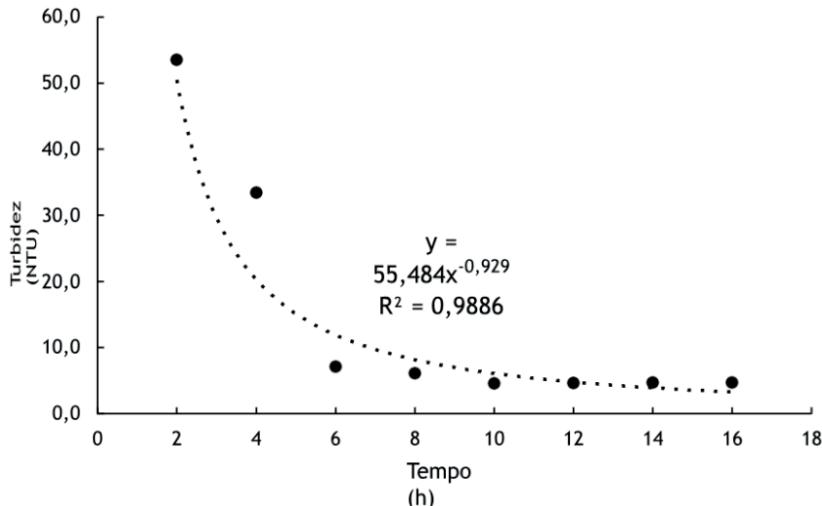
Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota: ¹ Médias seguidas das mesmas letras, na vertical, não diferem significativamente entre si pelo Teste de Tukey a um nível de 5 % de significância.

A turbidez dos extratos foi sendo reduzida ao longo do tempo de decantação e atingiu valores de 4,6 e 4,7 NTU, para o Cambissolo e Latossolo, respectivamente, às 10 h de decantação, representando 1,4% da turbidez inicial no Cambissolo e 0,9% no Latossolo (Figuras 4 e 5). A partir desse tempo, os extratos foram considerados suficientemente límpidos para efetuar a leitura da absorvânciá nas amostras, uma vez que a turbidez diminuiu relativamente pouco a partir desse ponto até completar 16 h. De acordo com os resultados da análise de variância (ANOVA), há diferenças significativas nos valores da turbidez em relação ao tempo de decantação, sendo os maiores valores encontrados até 4 h após o início do repouso.

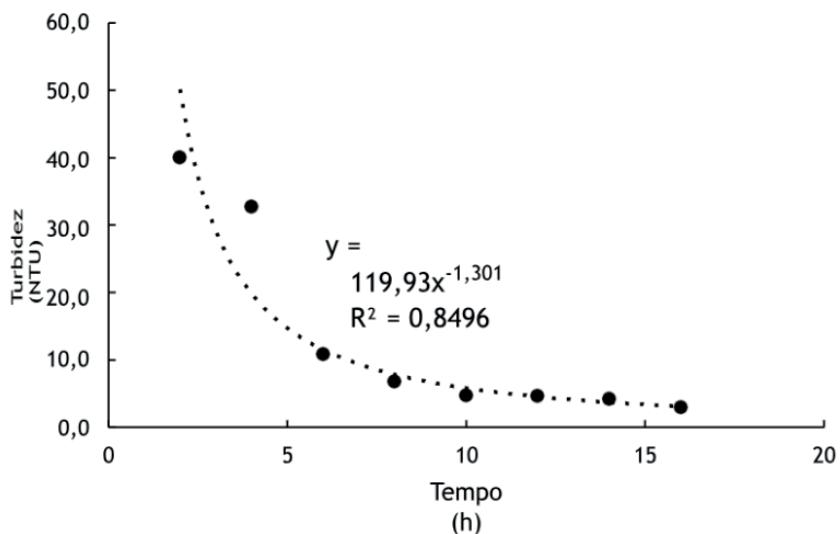
A turbidez final dos extratos foi de 4,7 NTU para o Cambissolo e 3,0 NTU para o Latossolo, valores aproximadamente 74 e 111 vezes superiores, respectivamente, à turbidez observada no branco do reagente (0,07 NTU), após 16 horas de decantação. Embora ainda persista certa turbidez residual após esse período, a maioria dos autores considera que 16 horas são suficientes para a obtenção de extratos em condições adequadas à análise por espectrofotometria de absorção molecular, utilizando o método do azul de molibdênio (Sobral, 2016; Silva, 2018; Meneghetti, 2018).

Figura 4. Variação na turbidez do extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) durante a decantação



Fonte: elaborado pelo autor (2025)

Figura 5. Variação na turbidez do extrato de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) durante a decantação



Fonte: elaborado pelo autor (2025)

3.2 Efeito da decantação dos extratos por 24 h, sem filtração.

Os valores do pH pouco se alteraram durante a decantação, variando de 1,28 a 1,39 no extrato obtido a partir do Cambissolo e de 1,30 a 1,38 no extrato do Latossolo (Tabela 5). Todavia, a análise de variância para este fator revelou que houve diferença estatisticamente significativa em relação ao tempo de decantação, mas não houve diferença significativa em relação ao tipo de solo, indicando que, em ambos, o pH variou de forma similar. A interação entre tipo de solo e tempo de decantação também não foi significativa. Os valores iniciais do pH nos extratos foram muito próximos do valor do pH da solução extratora, cuja média de cinco medidas foi igual a 1,2. Esse resultado está de acordo com o observado por Mylavarapu e Miller (2014).

Tabela 5. Variação do pH e da acidez titulável dos extratos de solo ao longo do tempo de decantação

Solo	Tempo (h)	pH	Acidez (mol L^{-1})
Cambissolo	0	1,28	7,55
	4	1,33	7,48
	8	1,34	7,48
	12	1,39	7,48
	16	1,38	7,69
	20	1,39	7,48
	24	1,39	7,55
Latossolo	0	1,30	7,48
	4	1,34	7,26
	8	1,32	7,26
	12	1,34	7,35
	16	1,38	7,26
	20	1,36	7,42
	24	1,37	7,48

Autor: Francisco Fadigas (2025)

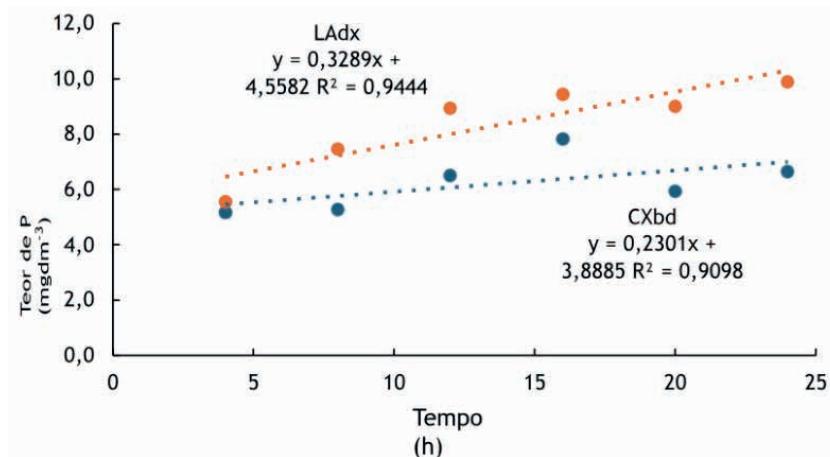
Por outro lado, a acidez variou entre 7,48 e 7,69 mol L^{-1} no extrato do Cambissolo e de 7,26 a 7,48 no Latossolo (Tabela 5). Não foi encontrada diferença estatisticamente significativa da acidez em relação ao tempo de decantação, nem em relação ao tipo de solo utilizado. A ANOVA também não indicou interação significativa entre essas variáveis em relação à acidez.

Os valores de pH no extrato, ao longo das 24 h de decantação, mostram que houve pouca alteração na acidez ao longo do tempo de contato entre o solo e o extrator. A extração do P do solo com extrator Mehlich-1 se dá em pH variando entre 2 e 3 (Silva, 1991; Teixeira *et al.*, 2017), no entanto, para os solos analisados neste estudo, o pH foi sempre inferior a 2. Possivelmente, estes resultados ocorreram devido à natureza ácida destes solos (pH de 4,5 e 5,2 respectivamente) e também ao teor de argila de 243 g kg⁻¹ no Latossolo e 468 g kg⁻¹no Cambissolo, insuficientes para classificá-los como muito argilosos (Santos *et al.*, 2018) e, consequentemente, incapazes de produzir o degaste do extrator. A ideia geral é que solos com elevados poder tampão e teor de argila sejam capazes de alterar o pH do extrator pelo consumo/neutralização de H⁺ com consequente redução no poder de dissolução de fosfatos (Gatiboni *et al.*, 2005; Steiner *et al.*, 2012), ou seja, em solos argilosos, como o poder tampão é mais alto, o extrator é consumido e a capacidade de extrair fósforo diminui (Sobral *et al.*, 2015).

Os valores da turbidez foram determinados 20 horas após a agitação, sendo de 0,4 NTU para o Latossolo e de 0,8 NTU no Cambissolo. Os resultados mostram que o processo de sedimentação de partículas continua ocorrendo após as 16 h de decantação previstas no método de extração (Silva, 2009; Teixeira *et al.*, 2017). Não foi possível determinar corretamente a turbidez após 24 h da agitação, visto que o volume final de extrato era demasiadamente pequeno, por isso, durante a tentativa de pipetar, houve perturbação do material depositado no fundo do Erlenmeyer, resultando na ressuspensão de partículas finas no extrato.

Os teores de fósforo sofreram aumento progressivo ao longo das 24 h de decantação, confirmando a tendência observada no Experimento 1 (Figura 6). As concentrações de P foram numericamente maiores no Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico em relação ao Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico. Entre o tempo de 4 h e 24 h de decantação foi observado um aumento de 22% no teor de P no Cambissolo e de 44 % no Latossolo. Estes resultados também confirmam o comportamento já descrito no Experimento 1, mostrando que o extrator Mehlich-1 continua agindo sobre as partículas do solo, liberando progressivamente mais P para o extrato até as 16 h, e também após esse tempo de decantação.

Figura 6. Variação na concentração de P no extrato de um Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e de um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) durante a decantação



Fonte: Francisco Fadigas (2025)

Considerando os níveis de fósforo no extrato do Cambissolo, em relação aos diferentes tempos de decantação, pode-se afirmar que houve diferença significativa entre o tempo de 16 h e os demais tempos, exceto para o tempo de 24 h (Tabela 6). Os teores de P no solo não variaram de forma significativa nos demais casos, sendo o menor teor de P encontrado quando o extrato foi analisado após 4 h de repouso. Em relação ao Latossolo, o maior teor de P foi detectado 24 h após o início da decantação, sendo esse estatisticamente igual aos teores disponíveis nos tempos 12, 16 e 20 h e superior aos valores dos tempos 4 e 8 h.

Tabela 6. Comparação de médias¹ para o teor de P no Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd) e em um Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx) em função do tempo de decantação do extrato

Cambissolo		Latossolo	
Tempo de decantação (h)	P (mg dm⁻³)	Tempo de decantação (h)	P (mg dm⁻³)
16	7,82 a	24	9,9 a
24	6,6 ab	16	9,4 a
12	6,5 bc	20	9,0 a
20	5,9 bcd	12	8,9 a
8	5,3 cd	8	7,4 b
4	5,2 d	4	5,6 c

Autor: Francisco Fadigas e Sandra Pinheiro (2025)

Nota: ¹ Médias seguidas das mesmas letras, na vertical, não diferem significativamente entre si pelo Teste de Tukey a um nível de 5% de significância.

4. CONCLUSÃO

Para os solos deste estudo, a solução Mehlich-1 extraiu continuamente o P ao longo do tempo de decantação, mesmo após as 16 horas de decantação.

Os resultados deste estudo indicam que, considerando os valores de turbidez e o teor de fósforo no extrato, um tempo mínimo de decantação entre 10 e 12 horas é suficiente para a obtenção de extratos límpidos. Nessa condição, a filtração do extrato para a leitura do teor de fósforo torna-se opcional.

5. REFERÊNCIAS

CARDOSO, F. S. **Adsorção e dessorção de fosfato em horizontes com diferentes quantidades de matéria orgânica em Latossolos do cerrado no Triângulo Mineiro**. 2021. 53f. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia Florestal) - Universidade Federal de Uberlândia, Monte Carmelo, 2021.

FERREIRA, E. B.; CAVALCANTI, P. P.; NOGUEIRA, D. A. **ExpDes.pt: Experimental Designs (Portuguese)**. R package version 1.2.0. 2011. Disponível em: <https://CRAN.R-project.org/package=ExpDes.pt>. Acesso em: 20 jun. 2025.

FREITAS, I. F. **Fósforo extraído com resinas trocadoras de íons e Mehlich-1 de latossolos submetidos a fontes e doses de fósforo e tempos de contato**. 2012. 42f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2012.

GATIBONI, L. C.; JOÃO KAMINSKI, J.; SANTOS, D. R. Modificações nas formas de fósforo do solo após extrações sucessivas com Mehlich-1, Mehlich-3 e resina trocadora de ânions. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 29, p. 363-371, 2005.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH₄ 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. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 15, p. 1409-1416, 1984.

MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes**. Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252p.

MEURER, E. J. **Fundamentos de Química do Solo**. 6. ed. Porto Alegre: Evangraf, 2017.
MICROSOFT CORPORATION. **Excel**: software para planilhas eletrônicas. Office 365. Redmond: Microsoft, 2024.

MOREAU, A. M. S. S. et al. Caracterização de solos de duas toposequências em tabuleiros costeiros do sul da Bahia. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, v. 30, p. 1007-1019, 2006.

MYLAVARAPU, R.; MILLER, R. Mehlich-1. In: SIKORA, F. J.; MOORE, K. P. (eds.). **Soil test methods from the southeastern United States**. Virginia, USA: Southern Cooperative Series Bulletin, n. 419, 2014.

NOVAIS, R. F.; SMYTH, T. J.; NUNES, F. N. Fósforo. In: NOVAIS, R. F.; ALVAREZ V. V. H.; BARROS, N. F.; FONTES, R.L.F.; CANTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L. **Fertilidade do solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p.471-537.

RAIJ, B. van; FEITOSA, C. T.; SILVA, N. M. Comparação de quatro extractores de fósforo de solos. **Bragantia**, v. 43, p.17-29, 1984.

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H.; FERREIRA, M. E.; LOPEZ, A. S.; BATAGLIA, O. C. **Análise química do solo para fins de fertilidade**. 1.ed. Fundação Cargill: Campinas, 1987. 170p

RAPOSO, R. W. C. **Metodologias para análise química da fertilidade e salinidade do solo e água**. Areia, PB: UFPB, 2014. 66p.

SÁ, L. P.; GUEDES, J. N. **Manual de rotina**: um guia prático para análises de solos, água, tecido vegetal, biofertilizantes e corretivos. Montes Claros, MG: Editora do IFNMG, 2023. 67p.

SANTOS, H. G. dos et al. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2018.

SANTOS, J. Z. L. et al. Frações de fósforo em solo adubado com fosfatos em diferentes modos de aplicação e cultivado com milho. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, p.705-714, 2008.

SILVA, F. C. da. **Avaliação da disponibilidade de fósforo por diversos extractores em solos cultivados com cana-de-açúcar (Saccharum spp.)**. 1991. 165f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1991.

SILVA, F. C. da. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167p.

SOBRAL, L. F.; BARRETTO, M. C. V.; SILVA, A. J.; ANJOS, J. L. **Guia prático para interpretação de resultados de análises de solos**. Aracaju, SE: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2015.13p. (Documentos / Embrapa Tabuleiros Costeiros, 206).

SOBRAL, L. F. **Extrações com Mehlich-1, Mehlich-3 e DTPA em Argissolo fertilizado com zinco, manganês e cobre**. Aracaju: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2016. (Boletim de Pesquisa / Embrapa Tabuleiros Costeiros, 124).

STEINER F.; LANA M. C.; ZOZ, T.; FRANDOLOSO, J. F.; FEY, R. Extraction methods and availability of phosphorus for soybean in soils from Paraná State, Brazil. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 33, p. 1005-1014, 2012.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

TIECHER, T. **A química antes da química do solo**. Porto Alegre, RS: URI – Frederico Westph, 2015. [recurso eletrônico].

TIECHER, T.; SILVA, L. S.; MARTINS, A. P.; MALLMANN, F. J. K. **Química do solo**. Santa Maria, RS: SBCS – Núcleo Regional Sul, 2023.

VIRGINIA COOPERATIVE EXTENSION. **Virginia Tech Soil Testing Laboratory**. Virginia State University, 2019. Disponível em: <http://www.ext.vt.edu>. Acesso em: 4 abr. 2025.



C A P Í T U L O 3

Curva de absorção e de calibração do azul de molibdênio na análise de fósforo no solo

Maria Paula Santa Rita Amancio

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Magnison dos Santos

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Maria Amelia de Pinho Barbosa Hohlenwerger

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: Para efetuar a leitura da absorvância do complexo azul formado pelo Fósforo (P), pelo método de determinação do azul de molibdênio, diferentes comprimentos de onda são sugeridos na literatura, de acordo com a fonte do método. O objetivo desta pesquisa foi estudar o espectro de absorção do complexo azul de molibdênio, a fim de determinar o comprimento de onda de máxima absorção de luz e comparar as curvas de calibração para o P, obtidas a 660 e 720 nm. Foi avaliada a resposta do complexo fosfomolíbdico, medida em absorvância, em soluções contendo 2 e 4 mg L⁻¹ de P, utilizando intervalos de comprimento de onda de 20 nm, na faixa espectral de 400 a 800 nm. Os dados obtidos foram plotados em uma curva de resposta do tipo comprimento de onda x absorvância, para as duas concentrações de P. O efeito do comprimento de onda na sensibilidade da curva de calibração foi averiguado, construindo duas curvas com as soluções padrão de P de concentração 0,5 a 2,0 mg L⁻¹ (meia curva - MC) e de 1 a 4 mg L⁻¹ (curva completa - CC). O teor de P foi analisado em seis amostras de solo dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano e suas médias calculadas usando a inclinação da MC e da CC. A representação gráfica do espectro de absorção de luz permitiu identificar o comprimento de onda 720 nm, como ponto de máxima absorção para o complexo azul de molibdênio. O valor da

inclinação (coeficiente angular) da curva de calibração a 720 nm foi numericamente maior que a obtida a 660 nm, o que confirma que as soluções padrão coloridas em azul absorveram mais luz característica a 720 nm do que a 660 nm. Os teores de P disponíveis no solo foram maiores quando o elemento foi quantificado usando a inclinação da curva de calibração a 720 nm. Pode-se concluir que o comprimento onda a 720 nm é o mais indicado para o complexo do azul de molibdênio e que a curva de calibração obtida com as leituras a 660 nm é menos sensível do que a obtida a 720 nm.

Palavras-chave: absorção máxima; comprimento de onda; espectro de absorção; espectrofotometria.

Absorption and calibration curve for molybdenum blue in soil phosphorus analysis

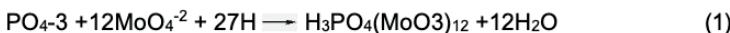
Abstract: To measure the absorbance of the blue complex formed by Phosphorus (P) using the molybdenum blue method, different wavelengths have been suggested in the literature, depending on the source of the method. The objective of this study was to analyze the absorption spectrum of the molybdenum blue complex in order to determine the wavelength of maximum light absorption and to compare the calibration curves for P obtained at 660 and 720 nm. The response of the phosphomolybdic complex, measured in absorbance, was evaluated in solutions containing 2 and 4 mg L⁻¹ of P, using wavelength intervals of 20 nm within the spectral range of 400 to 800 nm. The data were plotted as wavelength versus absorbance response curves for both P concentrations. The effect of wavelength on calibration curve sensitivity was assessed by constructing two curves using P standard solutions: a half-range curve (0.5 to 2.0 mg L⁻¹) and a full-range curve (1.0 to 4.0 mg L⁻¹). The P content was analyzed in six soil samples from the Inland Tablelands of the Recôncavo Baiano, and the means were calculated using the slopes of both the half and full calibration curves. The graphical representation of the light absorption spectrum allowed the identification of 720 nm as the wavelength of maximum absorption for the molybdenum blue complex. The slope (angular coefficient) of the calibration curve at 720 nm was numerically higher than that obtained at 660 nm, confirming that the blue-colored standard solutions absorbed more characteristic light at 720 nm than at 660 nm. The available P content in the soil was higher when the element was quantified using the slope of the calibration curve at 720 nm. It can be concluded that 720 nm is the most appropriate wavelength for the molybdenum blue complex, and that the calibration curve obtained with readings at 660 nm is less sensitive than the one obtained at 720 nm.

Keywords: maximum absorption; wave-length; absorption spectrum; spectrophotometry.

1. INTRODUÇÃO

Quando uma solução absorve um comprimento de onda específico da luz visível, conhecido como luz monocromática, a energia radiante do feixe de luz que atravessa o sistema diminui. A resposta aos comprimentos de luz incidente sobre uma substância pode, então, ser estudada por meio do espectro de absorvância de luz. Esse espectro consiste em uma representação gráfica da absorvância (A) em função dos comprimentos de onda aplicados à substância em solução, permitindo a seleção do comprimento de onda ideal para medições analíticas (Skoog *et al.*, 2006; Harris; Barcia, 2012). Cada substância apresenta uma resposta característica à luz incidente, expressa por sua absorbividade molar, a qual indica a quantidade de luz absorvida em um comprimento de onda específico (Vogel *et al.*, 2002).

A determinação do P extraído com Mehlich-1 se baseia na reação entre os íons ortofosfato (PO_4^{3-}) com o molibdato (MoO_4^{2-}) em meio fortemente ácido, o qual é reduzido à azul de molibdênio (equações 1 e 2), cuja intensidade da cor azul formada é proporcional à concentração de íons fosfato presentes na solução (Malavolta *et al.*, 1997; Nogueira; Souza, 2005). Este complexo pode ser quantificado por espectrofotometria na região visível do espectro (UV-VIS), em determinado comprimento de onda (Holler *et al.*, 2009).



Para realizar a leitura da absorvância do complexo azul formado pelo fósforo (P), no método de determinação pelo azul de molibdênio, diferentes comprimentos de onda são sugeridos na literatura. De acordo com o *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Teixeira *et al.*, 2017), as medições devem ser realizadas em espectrofotômetro UV-VIS, utilizando um filtro vermelho com comprimento de onda de 660 nm, sendo esta recomendação adotada por outros autores como Tedesco *et al.* (1995), Nogueira e Souza (2005), Santos, Silva e Griebeler (2014) e Neves (2019).

Outro método para a determinação de fósforo (P) em solos recomenda realizar a leitura da absorvância em espectrofotômetro a 725 nm (Braga; Defelipo, 1974; Meneghetti, 2018). No método de determinação de P utilizando solução sulfo-bismuto-molíbdica, Catani e Nakamura (1971) realizaram leituras em colorímetro, empregando comprimentos de onda entre 620 e 640 nm. Outros autores, trabalhando com o método do fosfoantímônio-molibdênio (Raij; Quaggio, 2001; Raij *et al.*, 1987; Ferreira; Cruz; Ferreira Júnior, 1990), sugerem que as leituras para P sejam efetuadas a 720 ou 885 nm em espectrofotômetro, obtendo-se assim maior sensibilidade.

No estudo da absorção de luz por substâncias em solução também é possível construir uma curva de calibração, ou curva padrão, que relaciona a leitura instrumental da cor com a concentração do analito na solução (Vogel *et al.*, 2002). A curva de calibração na espectrofotometria pode ser descrita por uma equação do tipo $y = ax + b$ (Harris, 2012), sendo que a análise do valor da inclinação (a = coeficiente angular) da curva de calibração permite identificar a qual comprimento de onda as soluções padrão coloridas são mais sensíveis. Por meio do gráfico é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de conversão de valores de absorvância em concentração. Utilizando-se métodos estatísticos é possível também verificar a identidade de modelos de regressão e determinar se estes são ou não semelhantes (Regazzi, 1992; Alves, 2016).

O objetivo desta pesquisa foi estudar o espectro de absorção do complexo azul de molibdênio, a fim de determinar o comprimento de onda de máxima absorção de luz, e comparar, em termos de sensibilidade, as curvas de calibração obtidas a 660 e 720 nm na quantificação do P em amostras de solo.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Obtenção da curva de absorção de complexo fosfomolíbdico

Para a elaboração de uma curva de resposta do complexo fosfomolíbdico em diferentes comprimentos de onda, foram medidas as absorvâncias de soluções contendo 2 e 4 mg·L⁻¹ de fósforo (P) em um espectrofotômetro UV-VIS. As medições foram realizadas em intervalos de 20 nm, na faixa espectral de 400 a 800 nm. As soluções de P foram preparadas conforme as orientações descritas no *Manual de Métodos de Análise de Solos* (Teixeira *et al.*, 2017).

No preparo das soluções, utilizou-se água deionizada tipo II (condutividade elétrica $\leq 1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$), e as vidrarias foram previamente descontaminadas com solução de HCl a 20%. As misturas foram preparadas em tubos de ensaio de 15 mL com tampa rosqueada, contendo 2,5 mL da solução padrão, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. Após o preparo, as amostras foram transferidas para cubetas de vidro de 3,5 mL, com caminho ótico de 10 mm.

As leituras foram realizadas entre 40 e 60 minutos após a adição do ácido ascórbico, momento em que as soluções apresentaram coloração definitiva (Santos; Silva; Griebeler, 2014; Silva, 2018). As medidas de absorvância foram feitas em triplicata. Os dados obtidos foram plotados em uma curva de resposta do tipo comprimento de onda (nm) x absorvância, para as duas concentrações de P, representando a média das absorções nos comprimentos de onda (λ) de 660 e 720 nm.

2.2 Preparo das curvas de calibração de P

Para a obtenção das curvas de calibração, foram utilizadas duas séries de soluções padrão de fósforo (P): uma denominada Meia Curva (MC), com concentrações de 0,0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mg·L⁻¹, e outra denominada Curva

Completa (CC), com concentrações de 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 mg·L⁻¹. As leituras foram realizadas em espectrofotômetro UV-VIS, nos comprimentos de onda de 660 nm e 720 nm.

O ajuste do zero do aparelho foi feito utilizando uma solução em branco, composta por 2,5 mL do extrator Mehlich-1 (HCl 0,05 molL⁻¹ e H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹), 5,0 mL de molibdato de amônio diluído e 15 mg de ácido ascórbico, correspondente à metade da quantidade de reagentes recomendada no método descrito por Teixeira *et al.* (2017). As medidas de absorvância foram realizadas em triplicata, no intervalo de 40 a 60 minutos após a adição do ácido ascórbico.

Os resultados das leituras foram representados em gráficos de dispersão, utilizando os valores médios das triplicatas. As equações de regressão ($y = ax + b$) foram construídas em planilhas eletrônicas, considerando o ponto (0; 0) como intercepto. Os coeficientes de determinação (R^2) foram calculados para cada modelo, e as inclinações das retas foram comparadas por análise de variância (ANOVA), a fim de avaliar o grau de semelhança entre elas.

2.3 Efeito dos comprimentos de onda na quantificação de P em amostras de solo

O estudo avaliou o efeito das curvas de calibração nos comprimentos de onda de 660 e 720 nm na quantificação dos teores de fósforo (P) extraídos do solo com solução Mehlich-1 (HCl 0,05 molL⁻¹ e H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹). Para isso, foram analisadas seis amostras de TFSA de classes de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, coletadas em áreas não cultivadas. As amostras, provenientes da camada superficial (0 a 20 cm), apresentavam diferentes teores de argila, fator que influencia a eficiência do extrator Mehlich-1 na extração de P (Tedesco *et al.*, 1995), além de variações nos teores de P disponível. Os solos analisados incluíram: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1).

Quatro das amostras foram coletadas em área da UFRB, e compõe uma topossequência situada às margens de uma das estradas de acesso ao açude, região denominada de cascalheira. Outras duas foram coletadas no NEAS (Núcleo de Engenharia de Água e Solo) e em área próxima da Escola Joaquim Medeiros. Nas Tabelas 1 e 2 são apresentadas algumas características físicas e químicas destes solos.

Os resultados das análises para o teor de P no solo foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA), utilizando o pacote Statistica v. 7 (StatSoft, 2004).

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C_{Org}) de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade

Solo	Localização		Granulometria (g Kg ⁻¹)			C _{Org} (g kg ⁻¹)
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39'40,5	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos representativos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, utilizados no estudo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade.

Característica química	solos utilizados no estudo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H ₂ O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm ⁻³)	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm ⁻³)	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm ⁻³)	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm ⁻³)	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+Mg (cmolc dm ⁻³)	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm ⁻³)	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm ⁻³)	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al + H (cmolc dm ⁻³)	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB ¹ (cmolc dm ⁻³)	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC ² (cmolc dm ⁻³)	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V ³ (%)	35	31	27	31	54	20
MO ⁴ (g kg ⁻¹)	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions; ³V – saturação por bases;

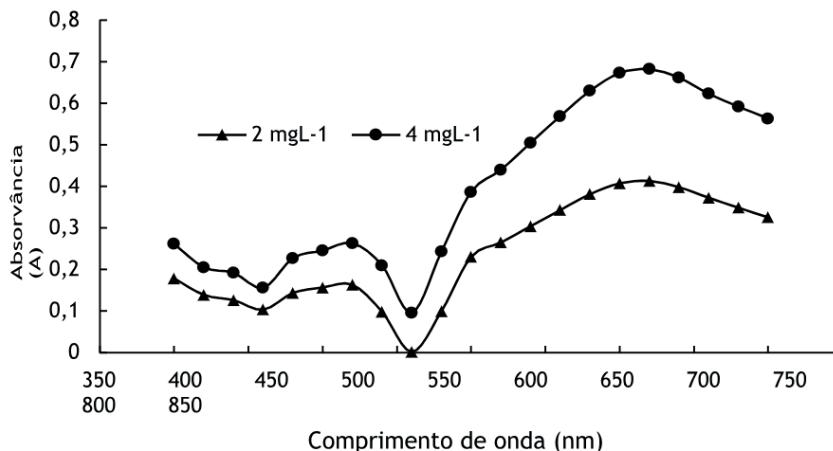
⁴MO – matéria orgânica do solo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Análise da curva de absorção de complexo fosfomolibídico

A representação gráfica do espectro de absorção de luz do azul de molibdênio, na faixa espectral entre 400 e 800 nm, é apresentada na Figura 1. A análise da curva de absorção revelou que o comprimento de onda de 720 nm corresponde ao ponto de máxima absorção para os padrões contendo o complexo azul de molibdênio, nas concentrações equivalentes a 2 e 4 mg L⁻¹ de P.

Figura 1. Espectro de absorção de luz do azul de molibdênio, nas concentrações equivalentes a 2 e 4 mg L⁻¹ de P, medidos em intervalos de 20 nm e ajuste do zero com solução extratora Mehlich-1



Autor: Francisco Fadigas

Ao longo do tempo, diversos autores têm considerado o comprimento de onda de 660 nm como o mais adequado para a determinação de fósforo (P) em metodologias que utilizam o extrator Mehlich-1, com o objetivo de quantificar o fósforo assimilável ou disponível no solo. Para compreender essa recomendação, é necessário retornar ao estágio de desenvolvimento das pesquisas sobre P no solo e à tecnologia instrumental disponível na época em que tais métodos de análise foram estabelecidos.

Estudos realizados por autores como Vettori (1969), Catani e Nakamura (1971), EMBRAPA (1979), Raij *et al.* (1987) e Ferreira, Cruz e Ferreira Júnior (1990) referem-se ao uso de colorímetros fotoelétricos, fotocolorímetros ou fotômetros de filtro. Esses equipamentos empregavam filtros ópticos, como lâminas de vidro ou películas de gelatina, com bandas de absorção correspondente ao que secreditava ser o

comprimento de onda ideal para as determinações de P. Com o avanço tecnológico, tais dispositivos foram gradualmente substituídos por espectrofotômetros, que oferecem a capacidade de analisar uma ampla faixa do espectro eletromagnético, abrangendo não apenas a região da luz visível (400 a 780 nm), mas também as regiões do ultravioleta (UV) e do infravermelho (IV). Enquanto os fotômetros isolam comprimentos de onda específicos por meio de filtros de cor, os espectrofotômetros permitem a medição em toda a extensão do espectro visível e em comprimentos de onda fora dessa faixa (Raij *et al.*, 1987; Vogel *et al.*, 1992; Skoog *et al.*, 2006; Harris, 2012; Silva, 2018).

Consideramos que as limitações dos instrumentos disponíveis na época do desenvolvimento dos primeiros métodos fotométricos para determinação de P no solo podem ter levado à crença de que 660 nm era o comprimento de onda mais sensível para a absorção de luz por soluções padrão do complexo fosfomolíbdico (azul de molibdênio). Contudo, os resultados deste estudo indicam que, acima de 660 nm, o complexo azul continua apresentando aumento na Absorvância (A), com incrementos significativos até 720 nm, quando, então, os incrementos tornam-se decrescentes (Figura 1).

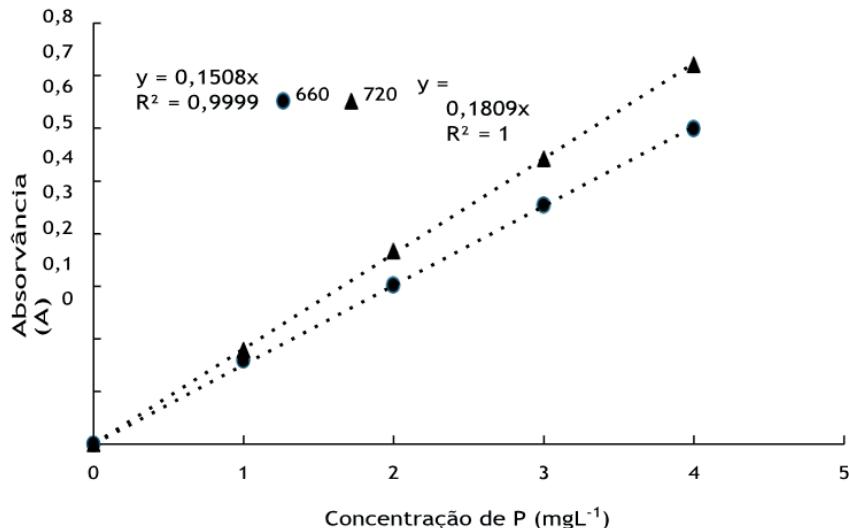
Outro aspecto relevante da curva de absorção do fósforo está relacionado à reprodutibilidade dos resultados em função da concentração do complexo azul de molibdênio em solução. A Figura 1 demonstra que, independentemente da concentração utilizada, a resposta aos comprimentos de onda incidentes sobre a solução padrão gera uma curva com características de absorção consistentes. Nessa curva, é possível identificar o comprimento de onda de 720 nm como o ponto de maior absorção de luz. Este achado está em conformidade com os princípios estabelecidos para estudos em espectrofotometria, amplamente discutidos na literatura de análise instrumental (Skoog *et al.*, 2006; Harris, 2012).

3.2 Análise comparativa das curvas de calibração de P

Ao analisar a inclinação (coeficiente angular) da curva de calibração a 720 nm (Figura 2), observa-se que este valor foi numericamente superior ao obtido a 660 nm, nas curvas preparadas com os padrões de 0,0, 1,0, 2,0, 3,0 e 4,0 mg L⁻¹ de P (CC). Esses resultados indicam que, no comprimento de onda de 720 nm, as soluções padrão contendo fósforo apresentaram maior absorção de luz característica em comparação a 660 nm (Figura 2). Vale destacar que o comprimento de onda de 660 nm é o recomendado no método de análise de P no solo, conforme o *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Teixeira *et al.*, 2017).

Nas curvas de calibração, também é possível observar um aumento proporcionalmente maior nas diferenças da intensidade de resposta (A) à medida que a concentração de P nos padrões aumenta. Este comportamento evidencia uma perda progressiva do sinal analítico com o aumento da concentração de P, indicando que o comprimento de onda 660nm é menos adequado para curvas de calibração elaboradas com padrões de P até 4 mg L⁻¹.

Figura 2. Comparação gráfica entre curvas de calibração completas obtidas a 660 e 720 nm

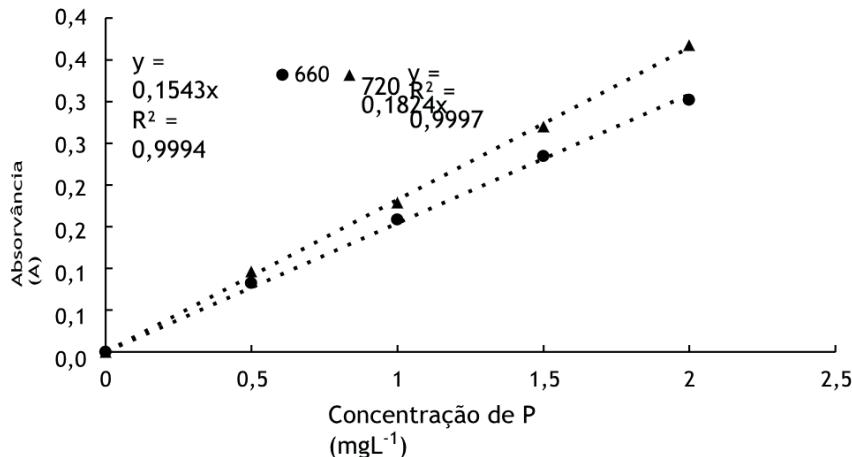


Autor: Francisco Fadigas

A análise das curvas geradas a partir das absorvâncias medidas utilizando os padrões de 0,0, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P (meia curva - MC) revelou um comportamento similar ao observado para a curva de calibração completa (CC) (Figura 3). O coeficiente angular da equação linear foi maior a 720 nm em comparação a 660 nm, indicando que as medidas de absorvância a 720 nm são mais sensíveis, mesmo utilizando padrões de calibração com limite máximo equivalente à metade da concentração recomendada pelo método (Teixeira et al., 2017).

Os coeficientes de determinação (R^2) das curvas a 660 nm e 720 nm confirmam a qualidade do ajuste dos modelos matemáticos, pois, em ambos os casos, os valores foram muito próximos de 1. Esse resultado reforça a capacidade do modelo linear de explicar as variações de y, variável dependente, neste caso, a absorvância. Quanto mais próximo o valor de R^2 estiver da unidade, melhor é o ajuste do modelo (Skoog et al., 2006; Augusto; Andrade; Custodio, 2018).

Figura 3. Comparação gráfica entre meias curvas de calibração obtidas a 660 e 720 nm



Autor: Francisco Fadigas

3.3 Quantificação de P em amostras de solo a 660 e 720 nm

Os valores de P (mg dm^{-3}), obtidos nas amostras de solo, foram submetidos à análise de variância (ANOVA), revelando que as variáveis *solo* e *comprimento de onda* (λ) tiveram efeito significativo ($p \leq 0,05$). As probabilidades (níveis de significância) associadas ao comprimento de onda foram de 0,011 para a curva CC e 0,039 para a curva MC, respectivamente (Tabela 3 e 4).

Tabela 3. ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo1 para a curva completa ($p=0,05$)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Solo	172,4225	5	34,4845	943,64	0,000
Comprimento de onda	0,2794	1	0,2794	7,65	0,011
SoloxComprimento	0,1188	5	0,0238	0,65	0,664
Resíduo	0,8771	24	0,0365		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹ Extração realizada com agitação a 180 opm e curva de calibração composta por padrões de 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (curva completa - CC)

Tabela 4. ANOVA – Efeito do comprimento de onda e das características dos solos estudados no teor de Fósforo (P) no solo¹ para a meia curva ($p=0,05$)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Solo	171,0420	5	34,2084	941,32	0,000
Comprimento de onda	0,1732	1	0,1732	4,77	0,039
SoloxComprimento	0,1553	5	0,0311	0,85	0,525
Resíduo	0,8722	24	0,0363		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹ Extração realizada com agitação a 180 opm e curva de calibração composta por padrões de 0,0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mg·L⁻¹ (meia curva - MC)

Os solos em estudo, de modo geral, são considerados de baixa fertilidade (Tabela 2). Eles apresentam acidez elevada a muito elevada, baixo teor de matéria orgânica (MO), acidez baixa a mediana, saturação por bases (SB) muito baixa a baixa, capacidade de troca catiônica (CTC) variando de média a boa, teores de K de muito baixo a médio e de P de muito baixo a baixo, de acordo com os parâmetros de interpretação de fertilidade do solo descritos pela Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais (1999).

Os resultados dos teores de fósforo (P) no solo estão apresentados nas Tabelas 5 e 6.

Tabela 5. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda (λ) utilizado para medidas das absorvâncias da meia curva (MC1)

Solo	P (mg dm ⁻³)	
	660 nm	720 nm
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	4,0 ± 0,27 ²	4,1 ± 0,16
Cambissolo Háplico Distrófico petroplítico (CXbd)	4,9 ± 0,21	5,0 ± 0,06
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	4,2 ± 0,29	4,3 ± 0,14
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	2,8 ± 0,10	3,1 ± 0,03
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	8,8 ± 0,26	8,7 ± 0,31
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	1,6 ± 0,10	1,9 ± 0,06

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹Curva de calibração obtida com uso dos padrões 0,0, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹.

²Média ± desvio padrão

Tabela 6. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função do comprimento de onda utilizado para medidas das absorvâncias da curva completa (CC¹)

Solo	P (mg dm ⁻³)	
	660 nm	720 nm
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	4,1 ± 0,28 ²	4,1 ± 0,16
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	5,0 ± 0,21	5,0 ± 0,06
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	4,3 ± 0,30	4,3 ± 0,14
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	2,9 ± 0,10	3,1 ± 0,03
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	9,0 ± 0,27	8,8 ± 0,31
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	1,6 ± 0,10	1,9 ± 0,06

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹Curva de calibração obtida com uso dos padrões 1,0, 2,0, 3,0 e 4,0 mg L⁻¹

²Média ± desvio padrão

Independentemente de o cálculo do teor de fósforo (P) no solo considerar a inclinação da reta gerada com os padrões da MC ou da CC, os valores obtidos a partir das leituras de absorvância realizadas a 720 nm foram estatisticamente superiores aos encontrados a 660 nm (Tabelas 5 e 6). No entanto, esses resultados devem ser interpretados com cautela, pois foram obtidos com um conjunto limitado de amostras de solo, que não necessariamente representa toda a diversidade de características físicas e químicas presentes no ambiente natural.

O uso de um “branco do reagente”, composto pelo solvente/extrator e pelos demais reagentes utilizados no preparo da amostra para leitura, permite corrigir possíveis interferências causadas pela matriz (Skoog *et al.*, 2006). No entanto, outras fontes de interferência ainda podem ocorrer, relacionadas à diversidade da composição química do solo, que podem modificar o sinal de resposta (absorvância), dependendo do comprimento de onda utilizado na quantificação.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados encontrados pode-se concluir que o comprimento de onda 720 nm é o mais adequado para avaliar a resposta analítica do complexo do azul de molibdênio, pois corresponde ao ponto de máxima absorção de luz. Além disso, a curva de calibração gerada a partir das leituras de absorvância a 720 nm demonstra maior sensibilidade em termos de resposta aos padrões de calibração, do que a obtida a 660nm.

5. REFERÊNCIAS

- ALVES, S. A. A. **Comparação entre métodos colorimétricos de dosagem de fósforo.** 2016. 22 f. Monografia (Graduação em Engenharia Agrônoma) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2016.
- AUGUSTO, F.; ANDRADE, J. C. A.; CUSTODIO, R. Faixa linear de uma curva de calibração. **Revista Chemkeys**, n. 3, p. 1-8, set. 2018. Disponível em: <https://econtents.bc.unicamp.br/inpec/index.php/chemkeys/article/view/9627>. Acesso: 23 nov. 2024.
- BRAGA J. M.; DEFELIPO, B. V. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solo e material vegetal. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 21, n.113, p.73-85, 1974.
- CATANI, R. A.; NAKAMURA, P. N. Extração do fósforo nativo e do adicionado ao solo com várias soluções. **Anais da ESA “Luiz de Queiroz”**, Piracicaba, v. 28. p. 297-312, 1971.
- COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS. Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais - 5^a Aprox. Ribeiro, A. C.; Guimarães, P. T. G; Alvarez V., V. H., Editores. Viçosa, MG: CFSEMG, 1999. 359p.
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, RJ: EMBRAPA-SNLCS, 1979.
- FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P da; FERREIRA JUNIOR, M. E. **Avaliação da fertilidade empregando o sistema IAC de análise de solo**. Jaboticabal, SP: FCAV, 1990. 94 p.
- HARRIS, D. C.; BARCIA, O. E. **Análise Química Quantitativa** . 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2012. 920p.
- HOLLER, F. J. et al. **Princípios de análise instrumental**. 6. ed. Porto Alegre, RS: Bookman, 2009. 1056 p.
- MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações**. 2. ed. Piracicaba, SP: POTAPOS, 1997. 319 p.
- MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes**. Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252 p.
- NEVES, D. K. P. **Determinação de fósforo no solo por espectrofotometria no UV-VIS**. 2019. 34 f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Itacoatiara, 2019.

NOGUEIRA, A. R. A; SOUZA, G. B (eds.). **Manual de Laboratórios: Solo, Água, Nutrição Vegetal, Nutrição Animal e Alimentos.** São Carlos, SP: Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. 334 p.

RAIJ, B. van et al. **Análise química de solos para fins de fertilidade.** Campinas, SP: Fundação Cargill, 1987. 170p.

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A. Determinação de fósforo, cálcio, magnésio e potássio extraídos com resina trocadora de íons. In: RAIJ, B. V. et al. (Org.). **Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais.** Campinas, SP: Instituto Agronômico, 2001. p. 189-199.

REGAZZI, A. J. Teste para verificar a identidade de modelos de regressão. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 31, n. 1, p. 1-17, 1996.

SANTOS, L. S.; SILVA, L. S.; GRIEBELER, G. Ácido ascórbico como agente redutor para a determinação de fósforo por colorimetria. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 44, n. 6, p. 1015-1018, 2014.

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias.** 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167 p.

SKOOG, D. A; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica.** Tradução da 8^a edição norte-americana. São Paulo, SP: Thomson, 2006. 999 p.

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 7. Tulsa, OK: StatSoft, 2004.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais.** 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo.** 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo.** Rio de Janeiro, RJ: Ministério da Agricultura, 1969. 34p. (Boletim Técnico n. 7)

VOGEL. A. I. et al. **Análise Química Quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 462 p.



C A P Í T U L O 4

Redução na quantidade de reagentes usados na determinação de fósforo do solo, extraído com Mehlich-1

<https://doi.org/10.22533/at.ed.000000000000>

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Oldair Vinhas Costa

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: A determinação de fósforo (P) extraído com Mehlich-1 baseia-se na reação entre os íons ortofosfato (PO_4^{3-}) e o molibdato (MoO_4^{2-}), na presença de ácido ascórbico, resultando na formação do complexo azul de molibdênio. A intensidade dessa cor azul é diretamente proporcional à concentração de íons fosfato na solução. O objetivo deste estudo foi avaliar duas curvas de calibração para a quantificação de fósforo no solo, utilizando diferentes concentrações de P nos padrões, e investigar o efeito da redução nas quantidades de reagentes empregadas na quantificação do P. O efeito da quantidade de reagentes foi avaliado utilizando os seguintes tratamentos: curva de calibração completa (CC), que incluiu soluções padrão contendo 1, 2, 3 e 4 mg L⁻¹ de P e a meia curva (MC), contendo padrões de 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P. Estas curvas padrão (CC e MC) foram combinadas com duas quantidades de reagentes para obtenção da cor na mistura preparada para leitura: uma contendo 2,5 mL da solução padrão, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico (MQ), e outra contendo 5 mL da solução padrão, 10 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 30 mg de ácido ascórbico (QT). Os tratamentos foram organizados em arranjo fatorial de 2X2, com seis repetições. Adicionalmente, conduziu-se um segundo ensaio com seis amostras de terra de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, variando quanto ao teor de argila, com o objetivo de avaliar os teores de fósforo (P) extraído do solo em função das quantidades de reagentes utilizadas no preparo das misturas para leitura da absorbância. Nesse caso, os tratamentos foram dispostos em esquema fatorial 6x2, com três repetições. A redução no valor do padrão de maior concentração de P para 2,0 mg L⁻¹ (MC) mostrou-se adequada nas combinações com MQ e QT,

aumentando a sensibilidade da curva para análise em solos com baixos teores de P. O uso de metade da quantidade dos reagentes (MQ), além de tecnicamente viável, reduz custos de análise e a geração de resíduos. Não foram encontradas diferenças relevantes em relação ao teor de P no solo quando utilizada a quantidade total (QT) de reagentes ou a metade (MQ) destes.

Palavras-chave: análise de P; curva de calibração; minimização de resíduos; padrão de calibração.

Reduction in the amount of reagents used to determine soil phosphorus extracted with Mehlich-1

Abstract: The determination of phosphorus (P) extracted with Mehlich-1 is based on the reaction between orthophosphate ions (PO_4^{3-}) and molybdate (MoO_4^{2-}) in the presence of ascorbic acid, resulting in the formation of a molybdenum blue complex. The intensity of this blue color is directly proportional to the concentration of phosphate ions in the solution. The objective of this study was to evaluate two calibration curves for quantifying phosphorus in soil using different P concentrations in the standards, and to investigate the effect of reducing the quantities of reagents used in the quantification process. The effect of reagent quantity was assessed using the following treatments: a full calibration curve (FC), which included standard solutions containing 1.0, 2.0, 3.0, and 4.0 mg L^{-1} of P, and a half calibration curve (HC), containing standards of 0.5, 1.0, 1.5, and 2.0 mg L^{-1} of P. These standard curves (FC and HC) were combined with two reagent quantities for color development in the prepared mixture: one containing 2.5 mL of the standard solution, 5.0 mL of diluted ammonium molybdate solution, and 15 mg of ascorbic acid (RQ); and another containing 5.0 mL of the standard solution, 10.0 mL of diluted ammonium molybdate solution, and 30 mg of ascorbic acid (FQ). The treatments were arranged in a 2x2 factorial design with six replicates. Additionally, a second experiment was conducted using six soil samples from representative soils of the Inland Tablelands of the Recôncavo Baiano region, varying in clay content, to assess the levels of phosphorus (P) extracted from the soil as a function of the reagent quantities used in the absorbance reading mixtures. In this case, treatments were arranged in a 6x2 factorial design with three replicates. The reduction in the highest P standard concentration to 2.0 mg L^{-1} (HC) proved suitable in combination with both RQ and FQ, increasing the sensitivity of the curve for analyzing soils with low P levels. Using half the amount of reagents (RQ) was not only technically feasible but also reduced analysis costs and waste generation. No significant differences were found in soil P content when using the full (FQ) or half (RQ) reagent quantities.

Keywords: P analysis; calibration curve; waste minimization, calibration standard.

1. INTRODUÇÃO

Com o crescente foco na sustentabilidade e na redução dos impactos ambientais, a análise química enfrenta o desafio de buscar alternativas mais responsáveis no uso dos reagentes químicos. Nesse contexto, torna-se essencial adotar abordagens sustentáveis que minimizem o impacto ambiental e promovam um futuro mais equilibrado (Biotech, 2023). Entre estas abordagens figuram o uso de reagentes verdes, a busca da eficiência energética, o desenvolvimento de tecnologias limpas e a redução na geração de resíduos. Neste sentido, a minimização de resíduos contribui não apenas para a redução de custos com materiais consumíveis, como reagentes químicos utilizados nas análises, mas também para a diminuição dos custos relacionados ao armazenamento e ao tratamento de resíduos laboratoriais (Prado, 2003; CropLife, 2020).

A análise do Fósforo (P) disponível para as plantas no solo tem sido amplamente utilizada na avaliação da fertilidade dos solos, servindo como base para a recomendação de adubação e calagem. Nos laboratórios de análises de solo no Brasil, dois métodos predominam na determinação do P disponível: o método da resina trocadora de ânions (RTA) e o método com o extrator Mehlich-1 (M1). (Ferreira *et al.*, 1990; Raij; Quaggio, 2001; Teixeira *et al.*, 2017; Meneghetti, 2018).

A determinação do P extraído com Mehlich-1 se baseia na reação entre os íons ortofosfato (PO_4^{3-}) com o molibdato (MoO_4^{2-}) em meio fortemente ácido, o qual é reduzido à azul de molibdênio (equações 1 e 2), cuja intensidade da cor azul formada é proporcional à concentração de íons fosfato presentes na solução (Malavolta; Vitti; Oliveira, 1997; Nogueira *et al.*, 2005; Silva, 2018). Este complexo pode ser quantificado por espectrofotometria na região visível do espectro (UV-VIS) em determinado comprimento de onda (Holler *et al.*, 2009). Na análise por espectrofotometria molecular, as substâncias reagem de forma própria à passagem de um feixe de luz, sendo a absorvidade molar característica de cada uma, a qual indica a quantidade de luz que é absorvida num determinado comprimento de onda (Vogel *et al.*, 2002).



O estudo da absorção de luz por substâncias em solução permite a construção de uma curva de calibração, ou curva padrão, que estabelece a relação entre a leitura instrumental da cor (absorvância) e a concentração do analito na solução (Vogel *et al.*, 2002). Na espectrofotometria, essa curva pode ser descrita por uma equação linear do tipo $y = ax + b$ (Harris; Barcia, 2012). O coeficiente angular (a) da

curva de calibração obtido por regressão linear reflete a sensibilidade da resposta do analito ao comprimento de onda utilizado, permitindo verificar o tipo de resposta do analito ao comprimento de onda ao qual as soluções padrão coloridas são mais sensíveis. Por sua vez, o coeficiente de determinação (R^2) da regressão permite uma estimativa da qualidade da curva obtida, pois, quanto mais próximo da unidade, maior a precisão do conjunto de pontos experimentais e menor a incerteza dos coeficientes de regressão estimados (Augusto; Andrade; Custodio, 2018).

Para a construção de uma curva de calibração, uma série de padrões externos com concentrações conhecidas do analito pode ser preparada a partir de três ou mais soluções padrão. A calibração é realizada obtendo-se o sinal de resposta à passagem da luz pela cubeta contendo o padrão em função da concentração conhecida do analito (Skoog *et al.*, 2006). Com o uso da análise de regressão é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de conversão de valores de absorvância em concentração. Uma vez obtida a curva de calibração e a equação matemática que melhor a descreve, a próxima etapa é aquela em que o sinal de resposta para a amostra é usado para prever a concentração do analito, usando a curva de calibração ou a equação que melhor se ajusta aos pontos do gráfico (Augusto; Andrade; Custodio, 2018).

O método descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira *et al.*, 2017) recomenda a construção de uma curva de calibração com padrões de concentração fósforo (P) variando de 1 a 4 mg L⁻¹ de P, para leitura em extratos obtidos com Mehlich-1, em espectrofotômetro de absorção molecular. Um método alternativo propõe concentrações de P variando de 0 a 4 mg L⁻¹, com inclusão do padrão 0,5 mg L⁻¹ (Nogueira *et al.*, 2005). Todavia, outros autores sugerem usar padrões com faixas de concentração diferentes. Meneghetti (2018) e Lana *et al.* (2010) propõem o uso de padrões de 0,0 a 2,0 mg L⁻¹ de P, enquanto Sá e Guedes (2023) recomendam a adoção de padrões de calibração variando de 0 a 1,6 mg L⁻¹ de P, para leitura em extratos de Mehlich-1, na relação solo:extrator 1:10. Em outro método alternativo, Tedesco *et al.* (1995) recomendam obter a curva de calibração a partir dos padrões variando de 0,0 a 5,0 mg L⁻¹ de P. A redução no valor máximo de concentração na curva de calibração é particularmente adequada para análises de solos com baixos teores de P disponível.

As quantidades de reagentes utilizadas na obtenção do extrato e da solução colorida para efetuar leitura no espectrofotômetro também varia de acordo com a fonte que descreve o método. A maioria dos autores recomenda a proporção solo: extrator de 1:10, que é obtida agitando-se 5 cm³ de solo com 50 mL do extrator Mehlich-1. Para o preparo das soluções destinadas à leitura (quantificação do P), sugere-se pipetar 5 mL do líquido sobrenadante (após a decantação) e adicionar 10 mL de solução de molibdato de amônio diluída, resultando em um volume total de 15 mL da mistura.

Quanto ao uso do ácido ascórbico, as recomendações variam significativamente, indo desde uma “pitada” até uma “quantidade calibrada” de aproximadamente 30 mg de ácido ascórbico em pó (Vetori, 1969; EMBRAPA, 1979; Silva, 2009; Donagema, 2011; Raposo, 2014; Silva, 2018). Por outro lado, um método alternativo que também utiliza o Mehlich-1 para a extração de fósforo (P) propõe pipetar 2 mL do sobrenadante em tubos de ensaio de 30 mL, adicionando em seguida 6 mL do Reagente de Trabalho (RT) e 2 mL de água destilada (Meneghetti, 2018). O *Manual de Rotina* (Sá; Guedes, 2023) recomenda pipetar 5,0 mL do líquido sobrenadante (extrato de solo) e adicionar 5,0 mL do Reagente de Trabalho (RT), composto por 0,0080 g de ácido ascórbico e 1,0 mL de solução 725 para cada 5,0 mL, perfazendo um volume total de 10 mL da solução preparada para leitura.

O objetivo desta pesquisa foi investigar duas curvas de calibração para a quantificação de fósforo (P) no solo, utilizando diferentes concentrações de P nos padrões, além de avaliar o impacto da redução das quantidades de reagentes empregados na análise, em comparação com o método descrito por Teixeira *et al.* (2017).

2. MATERIAL E MÉTODOS

As soluções padrão de P foram preparadas segundo orientações contidas no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira *et al.*, 2017) a partir de uma solução contendo 50 mg L⁻¹ de P. Foi utilizada água deionizada tipo II (condutividade elétrica < 1 µScm⁻¹) no preparo das soluções e as vidrarias foram rigorosamente limpas, por meio de lavagem com detergente neutro, seguida por três enxagues com água potável e dois com água deionizada. As misturas foram preparadas em tubo de ensaio de vidro com capacidade para 15 mL, com tampa rosqueada e, em seguida, para efetuar as leituras no espectrofotômetro, as soluções foram transferidas para cubetas vidro de 3,5 mL, com caminho ótico de 10 mm. As leituras foram efetuadas entre 30 e 60 min após a adição do ácido ascórbico, quando apresentavam a coloração definitiva (Santos; Silva; Griebeler, 2014; Silva, 2018). Na obtenção das curvas de calibração, as leituras de absorvância foram feitas a 660nm, em espectrofotômetro UV-VIS. O ajuste do zero do aparelho foi obtido com a solução em branco, contendo extrator Mehlich-1 (HCl 0,05 molL⁻¹ e H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹), molibdato de amônio diluído e ácido ascórbico (Teixeira *et al.*, 2017).

2.1 Efeito da alteração no intervalo de concentração dos padrões de P sobre a qualidade da curva de calibração

Com o objetivo de avaliar o efeito da quantidade de reagentes sobre a qualidade da curva de calibração foram utilizados os seguintes tratamentos: curva de calibração completa (CC), representada pelas soluções padrão, contendo 1, 2, 3 e 4 mg L⁻¹ de P e a meia curva (MC), contendo padrões de 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P. Estas curvas padrão (CC e MC) foram combinadas com duas quantidades de reagentes para obtenção da cor na mistura preparada para leitura: uma contendo 2,5 mL da solução padrão + 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída + 15 mg de ácido ascórbico (MQ), ou seja, metade das quantidades recomendadas pelo método (Teixeira et al., 2017) e outra contendo 5 mL da solução padrão + 10 mL de solução de molibdato de amônio diluída + 30 mg de ácido ascórbico (QT), equivalente à quantidade total recomendada no método. Os tratamentos foram organizados em arranjo fatorial de 2x2. As soluções padrão foram preparadas em número de três conjuntos, tanto para a CC, como para a MC, e as medidas de absorvância para obtenção das curvas de calibração foram realizadas em duplicata, totalizando 6 repetições para cada ponto da curva. O limite de detecção do método (LD) foi calculado com base nas leituras das absorvâncias dos brancos (b), usando a expressão "b + 3s" (Thompson et al., 2002).

As absorvâncias medidas foram plotadas em gráficos em função dos teores de P nos padrões (mg L⁻¹). As curvas resultantes foram descritas por funções lineares do tipo $y = ax + b$, em que $b = 0$ (coeficiente linear) e a é um valor positivo (reta crescente), representando a inclinação da reta.

Os valores de absorvância e os coeficientes angulares (a), obtidos graficamente, a partir das equações geradas no Excel (Microsoft Corporation, 2024), foram submetidos à análise de variância utilizando o software Statistica v.7 (StatSoft, 2004) para verificar a existência de diferenças estatísticas entre as curvas.

Os valores de absorvância dos padrões obtidos com as quantidades de reagentes QT e MQ, dentro de cada curva de calibração (CC e MC), foram comparados graficamente, gerando curvas de regressão e coeficientes de determinação (R^2) para cada caso, com uso da planilha eletrônica Excel, do pacote Office 365 (Microsoft Corporation, 2024).

2.2 Influência da quantidade de reagentes na quantificação do P em amostras de solo

Para avaliar o teor de P disponibilizado no extrato do solo, em função das diferentes quantidades de reagentes utilizados no preparo das misturas para leitura da absorbância, foi realizado um experimento com seis amostras de diferentes solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano. As amostras foram coletadas na profundidade de 0 a 20 cm e apresentavam diferentes teores de argila, dada a sua influência sobre a capacidade de extração do extrator Mehlich-1 (Tedesco *et al.*, 1995), além de variações nos teores de P disponível. Os solos analisados foram: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1). Quatro das amostras foram coletadas em área da UFRB e compõe uma topossequência situada às margens de uma das estradas de acesso ao açude, de área denominada cascalheira. Outras duas foram coletadas no NEAS (Núcleo de Engenharia de Água e Solo) e em área próxima da Escola Joaquim Medeiros. Nas Tabelas 1 e 2 são apresentadas algumas características físicas e químicas destes solos.

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C_{Org}) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade

Solo	Localização		Granulometria (g Kg ⁻¹)			C _{Org} (g kg ⁻¹)
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39' 40,5"	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo

Característica química	Amostra de solo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H_2O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm^{-3})	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm^{-3})	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm^{-3})	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm^{-3})	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+Mg (cmolc dm^{-3})	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm^{-3})	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm^{-3})	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al+H (cmolc dm^{-3})	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB ¹ (cmolc dm^{-3})	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC ² (cmolc dm^{-3})	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V ³ (%)	35	31	27	31	54	20
MO ⁴ (g kg^{-1})	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions; ³V – saturação por bases;⁴MO – matéria orgânica do solo.

As amostras de solo foram secas ao ar, destorreadas e peneiradas em malha com abertura de 2 mm, para obtenção da terra fina seca ao ar (TFSA). Neste ensaio, a extração do fósforo (P) foi realizada a partir de amostras de 5 cm^3 de TFSA, medidas com cachimbo coletor, visando facilitar a comparação com resultados previamente reportados na literatura. Para a extração e quantificação do P, as amostras foram submetidas à agitação a 180 opm em mesa agitadora orbital, durante 5 minutos, com 50 mL da solução extratora Mehlich-1 (HCl 0,05 molc L^{-1} e H_2SO_4 0,025 molc L^{-1}), em frascos tipo Erlenmeyer de 125 mL. Os experimentos foram conduzidos com três repetições por tratamento, organizados em esquema fatorial 6x2.

Após o período de decantação, os extratos foram transferidos para tubos de centrífuga com capacidade de 50 mL. As misturas para leitura das absorvâncias foram preparadas em tubos de vidro de 15 mL com tampa rosqueada, utilizando duas proporções diferentes de reagentes para desenvolvimento da coloração: uma com metade das quantidades recomendadas pelo método (Teixeira et al., 2017), consistindo em 2,5 mL da solução padrão, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico (denominada MQ); e outra com a quantidade total recomendada pelo método, composta por 5,0 mL da solução padrão, 10,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 30 mg de ácido ascórbico (denominada

QT). Os volumes das soluções foram medidos com pipetador manual de volume variável (até 5 mL) e o ácido ascórbico foi dosado com um coletor (cachimbo) ajustado para este propósito. As leituras de absorbância foram realizadas entre 30 e 60 minutos após a adição do ácido ascórbico, utilizando um espectrofotômetro UV-VIS ajustado para 660 nm.

Os valores de concentração de P no solo foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA), considerando o tipo de curva e a quantidade de reagentes utilizados no preparo dos extratos para leitura da absorbância como principais fontes de variação. Foi utilizado o software Statistica v.7 (StatSoft, 2004).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Efeito da alteração no intervalo de concentração dos padrões de P sobre a qualidade da curva de calibração

Nas Tabelas 3 e 4 podem ser vistas as médias das absorbâncias de Fósforo (P) lidas em espectrofotômetro de absorção molecular, a 660 nm, para os padrões das curvas de calibração em estudo. Todas as leituras de absorbância estiveram acima do Limite de Detecção (LD), cujos valores foram 0,004 para a Meia Curva (MC) e de 0,003 para a Curva Completa (CC). Neste estudo, a resposta analítica do espectrofotômetro foi corrigida com o uso de um branco (controle), ajustando o zero do aparelho com uma solução de composição idêntica à da amostra, porém sem a presença do P, conforme recomendado por diversos autores (Teixeira *et al.*, 2017; Silva, 2018; Meneghetti, 2018). O uso de um “branco do reagente”, contendo o solvente/extrator e os demais reagentes usados no preparo da amostra para leitura, permite corrigir interferências que poderiam ser causadas pela matriz, embora ainda assim possam ocorrer outras fontes de erros na calibração com o uso de padrão externo (Skoog *et al.*, 2006). Considerando que o sinal analítico, em termos de absorbância para o branco, é ajustado para zero no espectrofotômetro, o coeficiente linear (*b*) no modelo matemático também assume o valor zero. Dessa forma, a equação original $y = ax + b$ é simplificada para $y = ax$. Conforme Santos (2022), *x* e *y* são denominados, respectivamente, variável independente e variável dependente, uma vez que o valor de *y* está sempre condicionado ao valor de *x*.

Tabela 3. Médias obtidas para as absorvâncias de P nos padrões da meia curva (MC)

Padrão de P	Concentração (mg L ⁻¹)	Absorvância (A)	
		MQ ¹	QT ²
1	0,5	0,078	0,076
2	1,0	0,151	0,150
3	1,5	0,227	0,226
4	2,0	0,299	0,297

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹MQ – Metade da quantidade de reagentes.

²QT – Quantidade total de reagentes recomendada no método original.

Tabela 4. Médias obtidas para as absorvâncias de P nos padrões da curva completa (CC)

Padrão de P	Concentração (mg L ⁻¹)	Absorvância	
		MQ ¹	QT ²
1	1	0,151	0,150
2	2	0,299	0,297
3	3	0,440	0,446
4	4	0,590	0,590

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹MQ – Metade da quantidade de reagentes

²QT – Quantidade total de reagentes recomendada no método original

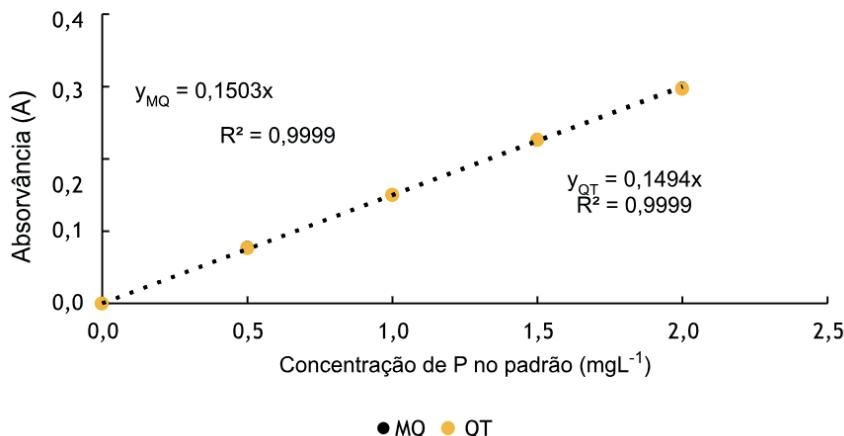
Os dados de absorvância correspondentes às concentrações de P entre 0,5 e 2,0 mg L⁻¹ foram utilizados para gerar os gráficos de regressão (Figura 1), associando a curva de calibração MC às quantidades de reagentes adicionadas aos extratos para obtenção da coloração azul característica do complexo fosfomolibídico, ou seja, Metade da Quantidade (MQ) e a Quantidade Total (QT) de reagentes recomendada no *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Teixeira et al., 2017). O mesmo procedimento foi aplicado para a curva padrão de P com concentração 1,0 a 4,0 mg L⁻¹ (Figura 2). Em ambas as curvas, para os padrões de MC e CC e nas duas proporções de reagentes (MQ e QT), observou-se um padrão de resposta semelhante entre as combinações avaliadas.

O método descrito (Teixeira et al., 2017) recomenda, para o preparo dos padrões e amostras destinadas à leitura no espectrofotômetro, pipetar 5 mL do extrato de solo, adicionar 10 mL de solução de molibdato de amônio e 30 mg de ácido ascórbico, resultando em um volume total de 15 mL da mistura. Entretanto, aparelhos que utilizam cubetas com capacidade de 3,5 mL vão requerer um volume de solução

menor que esse nas operações de ambientação e enchimento da cubeta para leitura. A análise gráfica revela que, tanto na curva MC quanto na curva CC, houve coincidência dos pontos, resultando em uma quase total sobreposição das imagens dos gráficos obtidos com o uso de MQ e QT de reagentes. Esses resultados indicam que, dentro de cada curva de calibração, a quantidade de reagentes utilizada na preparação dos extratos para leitura não exerce uma influência perceptível sobre os parâmetros da curva, como a inclinação (a) e o ajuste da equação ($y = ax + b$) ao traçado da reta, o que está expresso pelo coeficiente de determinação (R^2) próximo a 1.

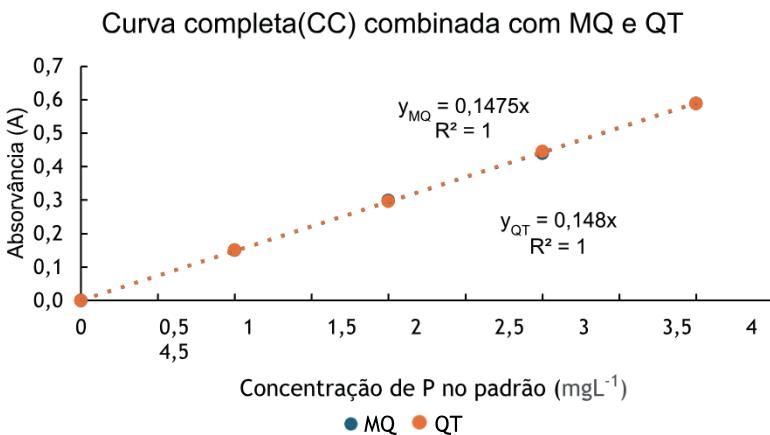
Figura 1. Gráficos de regressão linear para os padrões de P da Meia Curva (MC), utilizando metade da quantidade (MQ) e a quantidade total (QT) de reagentes recomendada no método (Teixeira et al., 2017)

Meia curva (MC) combinada com MQ e QT



Autor: Francisco Fadigas

Figura 2. Gráficos de regressão linear para os padrões de P da Curva Completa (CC), utilizando metade da quantidade (MQ) e a quantidade total (QT) de reagentes recomendada no método (Teixeira et al., 2017)



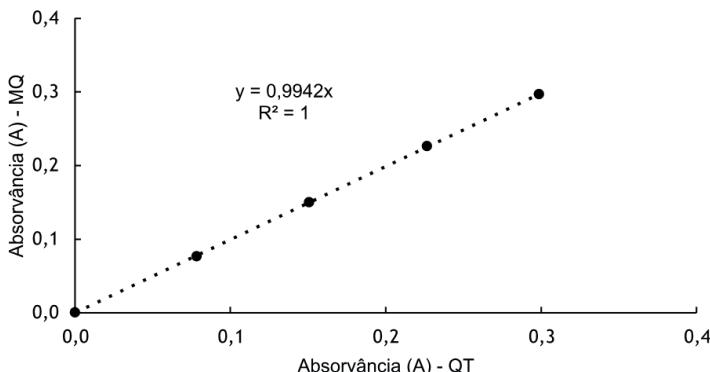
Autor: Francisco Fadigas

A Figura 3 permite avaliar o grau de coincidência entre as curvas geradas a partir da Meia Curva (MC), por meio da comparação dos valores de absorvância

(A) obtidos nas condições de Metade da Quantidade (MQ) e Quantidade Total (QT) de reagentes. Observa-se que, embora o coeficiente angular (a) não seja exatamente igual a 1, o que tornaria as absorvâncias das curvas MQ e QT numericamente idênticas, o coeficiente de determinação (R^2) indica uma forte aderência entre o modelo matemático e os pontos da curva (Augusto; Andrade; Custodio, 2018). Comportamento semelhante foi observado na regressão obtida para a Curva Completa (CC) ao comparar a condição de Metade da Quantidade (MQ) com a Quantidade Total (QT) de reagentes, conforme ilustrado na Figura 4.

Figura 3. Gráfico de regressão linear para as absorvâncias dos padrões de P plotando os valores de MQ versus QT, considerando a MC

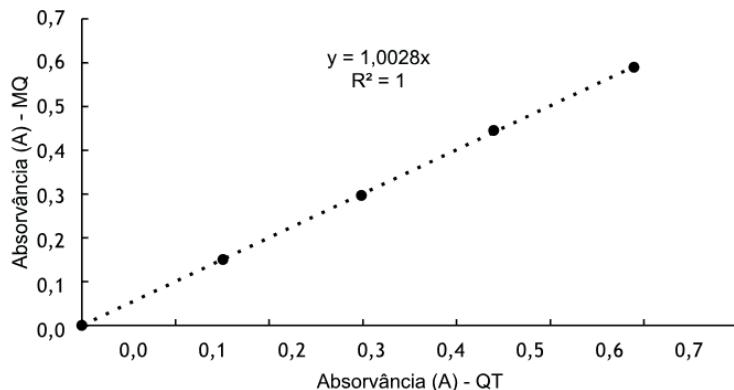
Meia curva (MC) - MQ x QT



Autor: Francisco Fadigas

Figura 4. Gráfico de regressão linear para as absorvâncias dos padrões de P plotando os valores de MQ versus QT, considerando a CC.

Curva completa (CC) - MQ x QT



Autor: Francisco Fadigas

3.2 Efeito da redução da quantidade de reagentes (MQ e QT) na absorvância e inclinação da curva de calibração

Os valores das absorvâncias medidas para cada uma das curvas de calibração, combinadas com a metade (MQ) e o total (QT) de reagentes recomendado no método original (Teixeira et al., 2017) juntamente com os coeficientes angulares (a), ou seja, as tangentes das retas obtidas graficamente, foram submetidos à análise de variância univariada, para verificar a existência de diferenças estatísticas entre os

tratamentos. Os resultados da ANOVA para essas duas variáveis estão apresentados nas Tabelas 5 e 6. Em ambos os casos, observou-se efeito significativo apenas para o fator “tipo de curva”, representado pelas curvas MC e CC. Esse resultado reforça a pertinência de se reduzir o limite superior de concentração dos padrões na curva de calibração, especialmente quando a análise visa quantificar o teor de P em solos de baixa fertilidade, como os dos Tabuleiros Costeiros da Bahia (Moreau et al., 2006; Carvalho; Nunes, 2022) e Tabuleiros Interioranos da Bahia.

O fator “tipo de solo” foi excluído da análise de variância (ANOVA) devido à heterogeneidade das amostras, provenientes de diferentes classes de solo e coletadas em áreas com distintas condições de uso. Essa variabilidade natural influencia diretamente os teores de P, tornando-os independentes tanto do método de extração empregado quanto da principal fonte de variação considerada na análise (Santos; Silva; Griebeler, 2014).

Tabela 5. ANOVA – Absorvância (A) em função do tipo de curva (MC e CC) e da quantidade de reagente (MQ e QT) ($p=0,05$)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
CURVA ¹	0,796433	1	0,796433	45,4666	0,000
QR ²	0,000001	1	0,000001	0,0001	0,992
CURVA*QR	0,000026	1	0,000026	0,0015	0,969
Resíduo	1,611552	92	0,017517		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹Curva - Meia curva (MC) e Curva completa (CC)

²QR - Quantidade de reagentes; Metade da quantidade (MQ) e Quantidade total (QT)

Tabela 6. Inclinação da reta (tg^1) em função do tipo de curva (MC e CC) e quantidade de reagente (MQ e QT) ($p=0,05$)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
CURVA ²	0,000026	1	0,000026	6,0	0,023
QR ³	0,000000	1	0,000000	0,1	0,754
CURVA*QR	0,000003	1	0,000003	0,6	0,437
Resíduo	0,000085	20	0,000004		

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹tg – Tangente calculada em planilha eletrônica, a partir da equação do gráfico de cada repetição da curva.

²Curva - Meia curva (MC) e Curva completa (CC)

³QR - Quantidade de reagentes; Metade da quantidade (MQ) e Quantidade total (QT)

A Tabela 7 apresenta as médias do teste de significância das inclinações das curvas, confirmado que os valores obtidos com a MC foram superiores aos encontrados na CC, tanto na condição de metade da quantidade de reagentes quanto na quantidade total recomendada pelo método original para formação da cor nos padrões. Esses resultados também demonstram que o uso de metade da quantidade de reagentes não influencia significativamente os valores de absorvância medidos para o P.

Assim, os dados indicam que é possível reduzir a quantidade de reagentes empregada na etapa de quantificação de P, contribuindo não apenas para a redução dos custos com insumos químicos, mas também para diminuir os gastos relacionados ao armazenamento e tratamento de resíduos laboratoriais, conforme discutido por Prado (2003) e CropLife (2024).

Tabela 7. Comparação das médias obtidas para a inclinação da reta de calibração ($\text{tg}(\alpha)$)

Curva	Quantidade de reagente (QR)	
	MQ ¹	QT ²
Meia curva (MC)	0,1503a ³	0,1494a
Curva completa (CC)	0,1476b	0,1480b

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹Metade da quantidade de reagentes recomendada pelo método (Teixeira *et al.*, 2017)

²Quantidade total de reagentes recomendada pelo método.

³Médias seguidas por letras diferentes, na vertical, diferem estatisticamente entre si ($p = 0,05$)

3.3 Influência da quantidade de reagentes na quantificação do P em amostras de solo

Os valores de concentração de P disponível no solo foram obtidos pelo método de comparação com padrão externo, utilizando curvas de calibração como referência para as medidas de absorvância obtidas nas amostras. Na análise espectrofotométrica, quando utilizados padrões externos, considera-se como pressuposto que, quando a mesma concentração do analito estiver presente na amostra e no padrão, uma mesma resposta será obtida. Desse modo, a relação funcional da calibração entre a resposta e a concentração do analito também deve se aplicar à amostra (Skoog *et al.*, 2006).

A Tabela 8 apresenta os teores de P no solo em função da quantidade de reagentes utilizada na preparação das misturas para quantificação por espectrofotometria de absorção molecular a 660 nm. A análise das médias revela pequenas diferenças numéricas entre os valores obtidos para MQ e QT. Em metade dos solos analisados, os

teores de P (mg dm^{-3}) obtidos com QT foram ligeiramente superiores aos encontrados com MQ, com diferenças variando de 0,1 a 0,2 mg dm^{-3} , correspondendo a um aumento de aproximadamente 2% a 5% em relação a MQ.

Considerando as variações naturais na distribuição de P no solo e as incertezas inerentes às etapas que envolvem desde a amostragem até a análise final, essas diferenças podem ser consideradas pouco representativas. Assim, é plausível concluir que o uso de qualquer uma das proporções de reagentes (MQ ou QT) resultará em valores similares para o teor de P em solos com características semelhantes aos incluídos neste estudo.

Tabela 8. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função da quantidade de reagentes utilizadas na quantificação (MQ e QT)

Solo	P (mg dm^{-3})	
	Metade (MQ) ¹	Total (QT) ²
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	$4,8 \pm 0,10^3$	$5,0 \pm 0,06$
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	$5,7 \pm 0,15$	$5,8 \pm 0,00$
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	$4,8 \pm 0,06$	$4,8 \pm 0,04$
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	$3,6 \pm 0,06$	$3,8 \pm 0,06$
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	$8,6 \pm 0,13$	$8,6 \pm 0,23$
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	$1,7 \pm 0,04$	$1,7 \pm 0,00$

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹Metade da quantidade (MQ) de reagentes recomendada pelo método (Teixeira *et al.*, 2017)

²Quantidade total (QT) de reagentes recomendada pelo método

³Média ± desvio padrão

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste estudo, é possível concluir que:

1. A quantidade de reagentes utilizada na preparação dos extratos para leitura não exerce uma influência perceptível sobre os parâmetros da curva de calibração.
2. A utilização da quantidade total de reagentes recomendada no método original, ou de metade dessa quantidade, resulta em valores semelhantes para o teor de P em solos com características comparáveis às das amostras analisadas neste estudo.
3. É possível reduzir a quantidade de reagentes empregada na etapa de quantificação de P, reduzindo, assim, os custos com as análises e com o tratamento de resíduos.

5. REFERÊNCIAS

- AUGUSTO, F.; ANDRADE, J. C. A.; CUSTODIO, R. Faixa linear de uma curva de calibração. **Revista Chemkeys**, n. 3, p. 1-8, set. 2018. Disponível em: <https://econtents.bc.unicamp.br/inpec/index.php/chemkeys/article/view/9627>. Acesso: 23 nov. 2024.
- BIOTECC. **Reagentes Químicos e Sustentabilidade:** contribuições para um futuro mais verde. 2023. Disponível em: <https://www.biotecc.com.br/post/reagentes-quimicos-e-sustentabilidade-contribucoes-para-um-futuro-mais-verde>. Acesso em: 27 out. 2024.
- CARVALHO, C. C. N. NUNES, F. C. Solos de tabuleiro do Recôncavo Baiano (Brasil): gênese, transformação e neotectonismo. **Revista de Geociências do Nordeste**, v. 8, n. 2, p. 114-125, 2022.
- CROPLIFE. **Química verde:** uma nova forma de se produzir. 2020. Disponível em: <https://croplifebrasil.org/noticias/quimica-verde-uma-nova-forma-de-se-produzir/>. Acesso: 27 out. 2024.
- DONAGEMA, G. K. et al. (orgs). **Manual de métodos de análise de solos.** Rio de Janeiro, RJ: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Documentos / Embrapa Solos, ISSN 1517-2627; 132).
- EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo.** Rio de Janeiro, RJ: EMBRAPA-SNLCS, 1979.
- FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P da; FERREIRA JUNIOR, M. E. **Avaliação da fertilidade empregando o sistema IAC de análise de solo.** Jaboticabal, SP: FCAV, 1990. 94 p. HARRIS, D. C.; BARCIA, O. E. **Análise Química Quantitativa** . 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2012. 920p.
- HOLLER, F. J. et al. **Princípios de análise instrumental.** 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2009. 1056 p.
- LANA, M. C. et al. **Análise química de solo e tecido vegetal:** práticas de laboratório. Cascavel, PR: EDUNIOESTE, 2010.
- MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações.** 2. ed. Piracicaba, SP: POTAFOSS, 1997. 319 p.
- MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes.** Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252 p.
- MICROSOFT CORPORATION. **Excel:** software para planilhas eletrônicas. Office 365. Redmond: Microsoft, 2024.

MOREAU, A. M. S. S. et al. Caracterização de solos de duas toposseqüências em tabuleiros costeiros do sul da Bahia. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 30, p. 1007-1019, 2006.

NOGUEIRA, A. R. A. et al. Tecido Vegetal. In: Nogueira, A. R. A., Souza, G. B. (eds.). **Manual de Laboratórios: Solo, Água, Nutrição Vegetal, Nutrição Animal e Alimentos**. São Carlos, SP: Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. 334 p.

PRADO, A. G. S. Química verde, os desafios da química do novo milênio. *Quim. Nova*, v. 26, n. 5, p.738-744, 2003.

RAIJ, B. van et al. **Análise química do solo para fins de fertilidade**. Campinas, SP: Fundação Cargill, 1987. 170p.

RAIJ, B. van.; QUAGGIO, J. A. Determinação de fósforo, cálcio, magnésio e potássio extraídos com resina trocadora de íons. In: RAIJ, B. V. et al. (Org.). **Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais**. Campinas, SP: Instituto Agronômico, 2001. p. 189-199.

RAPOSO, R. W. C. **Metodologias para análise química da fertilidade e salinidade do solo e água**. Areia, PB: UFPB, 2014. 66p.

SÁ, L. P.; GUEDES, J. N. **Manual de rotina**: um guia prático para análises de solos, água, tecido vegetal, biofertilizantes e corretivos. Montes Claros, MG: Editora do IFNMG, 2023. 67 p.

SANTOS, C. O. **Funções**. Capivari de Baixo: Editora Univinte, 2022.

SANTOS, L. S.; SILVA, L. S.; GRIEBELER, G. Ácido ascórbico como agente redutor para a determinação de fósforo por colorimetria. *Ciência Rural*, Santa Maria, v. 44, n. 6, p. 1015-1018, 2014.

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

SILVA, F. C. et al. **Manual de métodos de para avaliação da fertilidade do solo**. Rio de Janeiro RJ: EMBRAPA-CNPS, 1998. 56p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 3).

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167 p.

SKOOG, WEST, D.M, HOLLER, J., CROUCH, S.R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8^a edição norte-americana. São Paulo (SP): Thomson, 2006. 999 p

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 7. Tulsa, OK: StatSoft, 2004.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report). **Pure Appl. Chem.**, v. 74, n. 5, p. 835–855, 2002.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro, RJ: Ministério da Agricultura, 1969. 34p. (Boletim Técnico n. 7)

VOGEL. A. I. et al. **Análise Química Quantitativa** . 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 462 p.



C A P Í T U L O 5

Intensidade de agitação na etapa de extração do fósforo do solo, com uso do extrator Mehlich-1

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Oldair Vinhas Costa

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Maria Amelia de Pinho Barbosa Hohlenwerger

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Magnison dos Santos

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Maria Paula Santa Rita Amancio

Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas (CCAAB) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: O método de extração de P, descrito por alguns autores, não especifica qual intensidade de agitação deve ser empregada no uso da mesa agitadora orbital para obtenção do extrato contendo o P, quando se utiliza o extrator Mehlich-1. Assim, o objetivo desta pesquisa foi estudar o efeito de diferentes intensidades de oscilações por minuto (opm) no ajuste da mesa agitadora, durante o processo de extração, e avaliar o impacto do uso de uma esfera de vidro durante o processo de extração. As amostras de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, representando os horizontes A, Bt1 e Bt2 foram submetidas à agitação com 100, 120, 140, 160, 180, 200 e 220 opm. Em outro experimento, amostras da camada de 0 a 20 cm de seis solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano foram submetidas à agitação a 100, 120, 140, 160, 180, 200 opm em mesa agitadora orbital. Em um terceiro experimento, as amostras dos solos mencionados foram agitadas a 120, 180 e 220 opm, combinadas com a presença e ausência de uma

esfera de vidro. Em todos os ensaios, as amostras foram agitadas, por 5 minutos, com 50 mL de solução Mehlich-1, sendo utilizadas três repetições por tratamento. Nas curvas de calibração foram utilizadas soluções padrão contendo 1, 2, 3 e 4 mg L-1 de P e 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mg L-1, respectivamente. As leituras de absorbância foram efetuadas a 660nm, em espectrofotômetro UV-VIS. Em todos os ensaios, as maiores quantidades de P disponível no extrato foram obtidas com agitação em torno de 180 opm, para os horizontes e solos estudados. O aumento da intensidade de agitação, acima desse valor, resultou em menores concentrações de P no extrato, o que, possivelmente, pode estar associado ao processo de readsorção do P na fase sólida do solo. Considerando a média dos pontos de máxima (PMx) das equações quadráticas obtidas para os horizontes e solos em estudo, pode-se concluir que 180 opm representa a intensidade ideal de agitação para obtenção da disponibilidade máxima de P no extrato, em solos com características similares ao deste estudo. O uso da esfera de vidro não resultou em maior teor de fósforo disponível no extrato do solo, independente da intensidade de agitação.

Palavras-chave: análise química; dessorção; oscilações por minuto; solução extratora.

Agitation intensity in the soil phosphorus extraction stage, using the Mehlich-1 extractor

Abstract: The phosphorus (P) extraction method described by some authors does not specify the agitation intensity required when using the orbital shaker for obtaining the extract containing P, particularly when using the Mehlich-1 extractor. Thus, the aim of this study was to investigate the effect of different oscillation intensities (oscillations per minute, opm) on shaker adjustment during the extraction process, and to evaluate the impact of using a glass sphere during extraction. Samples from Chromic Acrisol (Clayic), representing the A, Bt1, and Bt2 horizons, were subjected to agitation at 100, 120, 140, 160, 180, 200, and 220 opm. In a second experiment, samples from the 0–20 cm layer of six representative soils from the Inland Tablelands of the Recôncavo Baiano were agitated at 100, 120, 140, 160, 180, and 200 opm on an orbital shaker. A third experiment involved agitation at 120, 180, and 220 opm, with and without the presence of a glass sphere. In all experiments, the samples were agitated for 5 minutes with 50 mL of Mehlich-1 solution, using three replicates per treatment. Calibration curves were generated using standard solutions containing 1, 2, 3, and 4 mg L⁻¹ of P and 0.5, 1.0, 1.5, and 2.0 mg L⁻¹, respectively. Absorbance readings were performed at 660 nm using a UV-VIS spectrophotometer. In all assays, the highest P concentrations in the extract were obtained at approximately 180 opm for the horizons and soils studied. Increasing agitation intensity beyond this point resulted in lower P concentrations in the extract, likely due to P re- adsorption onto the solid phase of the soil. Considering the average maximum points (PMx) from quadratic equations obtained for the studied horizons and soils, it can be concluded

that 180 opm represents the optimal agitation intensity for maximizing P availability in the extract from soils with similar characteristics to those in this study. The use of the glass sphere did not result in higher phosphorus availability in the soil extract, regardless of the agitation intensity.

Keywords: chemical analysis; desorption; oscillations per minute; extracting solution.

1. INTRODUÇÃO

De acordo com Vinhal-Freitas *et al.* (2010), o processo de dessorção é definido como a liberação de uma substância ou material de uma interface entre uma superfície sólida e uma solução. No Brasil, diversos pesquisadores têm conduzido estudos sobre a dessorção de fósforo (P) do solo, com o objetivo de avaliar a disponibilidade desse elemento para as plantas. Neste contexto, os métodos de extração mais utilizados incluem a utilização do extrator Mehlich-1 e a Resina trocadora de ânions (RTA).

O processo de extração do fósforo (P) em amostras de terra, assistido por agitação, tem sido reportado na literatura sobre análise de solos desde a proposição inicial apresentada por Mehlich (1953), tendo sido estudado e modificado por diversos pesquisadores. Contudo, o método de extração de fósforo

(P) descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira *et al.*, 2017), assim como em outras fontes (Silva, 2009; Raposo, 2014; Silva, 2018), não especifica a qual intensidade de agitação as amostras devem ser submetidas durante o uso da mesa agitadora orbital, para obtenção do extrato contendo o P, quando se utiliza o extrator Mehlich-1.

Há menções na literatura para que se utilize 110 -120 opm, por 5 min, em agitador horizontal (Tedesco *et al.*, 1995), 190 rpm, em agitador horizontal, por 5 min (Freitas, 2012), 250 rpm durante 5 min (Meneghetti, 2018) e 10 minutos em agitador circular horizontal a 200 rpm (Sá; Guedes, 2023).

A maioria dos autores concorda em relação ao tempo de agitação, adotando o tempo de 5 min como padrão (Silva *et al.*, 1998; Primavesi, 2005; Silva, 2009; Raposo, 2014; Teixeira *et al.*, 2017). Entretanto, Silva (2018) recomenda a agitação durante 30 minutos, em agitador horizontal circular, e deixar em repouso por uma noite, em frasco tampado, antes de pipetar o sobrenadante. Sá e Guedes (2023) recomendam agitar por 10 min, deixando o extrato decantar por 16 h. Acreditamos que o processo de dessorção do P, associado à fase sólida do solo, pode ser influenciado pelo tempo e pela intensidade de agitação imprimida durante a fase de extração.

As reações de sorção (adsorção e dessorção) ocorrem naturalmente nos solos, como resultado das interações de íons em solução com as fases reativas do solo (óxidos, hidróxidos, argilominerais, carbonatos e matéria orgânica), sendo, portanto, de intensidade variável devido às diferentes energias apresentadas pelos

componentes da fase sólida do solo (Meurer, 2017). A adsorção de P na fase sólida do solo tem sido descrita pelas isotermas Langmuir e de Freundlich. Estudos mostram que a capacidade máxima de adsorção do P (CMAP) em solos intemperizados da Paraíba não apresentou correlação elevada com o teor de argila. Todavia, em solos menos intemperizados, os valores de CMAP correlacionaram-se alta e positivamente com o teor de argila (Farias *et al.*, 2009). Em outro estudo, realizado com solos do Rio Grande do Sul, Ranno *et al.* (2007) encontraram correlação direta entre os teores de argila, Fe e matéria orgânica e a CMAP, demonstrando a influência da composição do solo na sorção de P. Pinto (2012), estudando solos do Cerrado, encontrou correlação positiva entre a capacidade máxima de adsorção do P (CMAP) e o fator capacidade de fósforo (FCP) com os atributos matéria orgânica (MO) e o teor de argila. Segundo este autor, a dessorção do P apresenta-se maior em solos com menor CMAP, ou seja, nos solos menos intemperizados.

O valor de dessorção máxima do P é afetado pela textura do solo. De acordo com Rheinheimer *et al.* (2003), a capacidade de extração e estimativa do fósforo disponível pelo extrator Mehlich-1 representou 32, 46 e 89% da dessorção máxima de fósforo para o solo muito argiloso, argiloso e arenoso, respectivamente. Em sentido contrário, os teores de argila se correlacionam positivamente com a capacidade máxima de adsorção de P (CMAP), corroborando com outros trabalhos que indicam alta sorção de P em solos argilosos.

A influência do teor de argila na disponibilidade (dessorção) do P em solos também foi estudada por Sandim *et al.* (2014). De acordo com os autores, o P extraído pela solução Mehlich-1 decresce com o aumento no teor de argila no solo, mesmo em solos submetidos à aplicação de calcário dolomítico e outros corretivos. O emprego dessa solução como extratora de fósforo, potássio, sódio e micronutrientes do solo baseia-se na solubilização desses elementos pelo efeito de pH, entre 2 e 3, sendo o papel do sulfato o de restringir o processo de readsorção dos fosfatos recém-extraídos (Silva, 1991).

Os métodos usados na extração do P com resina trocadora de íons recomendam, na etapa que antecede a colocação da resina, acrescentar água destilada e uma bolinha de vidro junto com a amostra, fechar o frasco e, então, agitar durante quinze minutos para desagregar o solo. O método descrito por Camargo *et al.* (2009) recomenda agitar as amostras de solo a 200 rpm, enquanto o método descrito por Raij e Quaggio (2001) e Ferreira, Cruz e Ferreira Junior (1990) recomenda agitar a 220 rpm. Por outro lado, um estudo sobre a incubação de frações agregadas de solo, realizado por Wang (1997), sugere que triturar e agitar a amostra usada na análise pode subestimar a disponibilidade de P no solo porque sítios de ligação são expostos, aumentando a quimiosorção do P.

Assim, o objetivo desta pesquisa foi estudar o efeito de diferentes intensidades de oscilações por minuto (opm), no ajuste da mesa agitadora orbital, e avaliar o impacto do uso de uma esfera de vidro durante o processo de extração.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Os ensaios foram conduzidos no laboratório de Análise de Solos e Plantas do CETEC, entre os meses de junho de 2023 e junho de 2024, conforme descrito a seguir. A etapa de extração foi conduzida em mesa agitadora orbital programável, sendo utilizadas três repetições por tratamento. As amostras de terra dos solos foram secas em estufa a 40°C, destorroadas e passadas em peneira de 2 mm de abertura de malha, para obtenção da terra fina seca ao ar (TFSA). Embora o método descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira *et al.*, 2017) recomende tomar 5 g de solo (TFSA), nestes ensaios foram utilizadas amostras de 5 cm³, medidas em cachimbo coletor, a fim de facilitar a comparação com outros resultados descritos na literatura.

2.1 Efeito da agitação das amostras em função da profundidade

Foram utilizadas amostras de três horizontes de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd), proveniente do município de Visconde do Rio Branco (MG). Nas Tabelas 1 e 2 estão apresentados a composição granulométrica e o teor de carbono orgânico, por horizonte, e os resultados das análises químicas do solo. Os teores de argila correspondem aos descritos nas classes 15-35% e 35-60%, utilizadas para interpretação da disponibilidade de P, em função do teor de argila do solo (Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais, 1999).

Tabela 1. Composição granulométrica e teor de carbono orgânico em um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd).

Horizonte	Profundidade (cm)	Granulometria (g Kg ⁻¹)			Classe Argila (%)	Carbono orgânico (g kg ⁻¹)
		Argila	Silte	Areia		
A	0 a 13	230	220	549	15-35	13,0
Bt ₁	32 a 70	349	466	185	15-35	4,0
Bt ₂	70 a 110	410	184	406	35-60	4,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 2. Resultados das análises químicas de Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd).

Característica química	Amostra de solo		
	Horizonte	Bt ₁ (31-70 cm)	Bt ₂ (70-110 cm)
pH (H ₂ O)	5,4	5,3	5,0
P (mg dm ⁻³)	3	2	3
K (cmolc dm ⁻³)	0,15	0,03	0,03
Ca (cmolc dm ⁻³)	2,17	1,21	0,52
Mg (cmolc dm ⁻³)	1,46	0,67	0,86
Ca+Mg (cmolc dm ⁻³)	3,62	1,88	1,39
Al (cmolc dm ⁻³)	0,1	0,1	0,4
Na (cmolc dm ⁻³)	0,02	0,02	0,03
Al+H (cmolc dm ⁻³)	2,67	1,34	1,95
SB ¹ (cmolc dm ⁻³)	3,80	1,93	1,45
CTC ² (cmolc dm ⁻³)	6,48	3,27	3,39
V ³ (%)	59	59	43
MO ⁴ (g kg ⁻¹)	24,9	5,80	5,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions;

³V – saturação por bases; ⁴MO – matéria orgânica do solo

As amostras de terra foram agitadas em Erlenmeyer de 125 mL por 5 minutos, utilizando 50 ml de solução extratora Mehlich-1 (HCl 0,05 molL⁻¹ e H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹). A agitação foi realizada com intensidades de 100, 120, 140, 160, 180, 200 e 220 oscilações por minuto (opm), seguida de um período de repouso de 14 a 16 horas. Posteriormente, 25 mL do extrato aquoso (sobrenadante), contendo o fósforo (P), foram pipetados e transferidos para tubos de centrífuga de 50 mL. Os tratamentos consistiram das combinações de opm e horizonte de solo, arranjados num esquema fatorial de 6x3.

As soluções padrão de P e do extrator foram preparadas segundo orientações contidas no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017). Para o preparo das soluções foi utilizada água deionizada tipo II (condutividade elétrica < 1,0 µScm⁻¹), e as vidrarias foram previamente descontaminadas com solução de HCl a 20%. As misturas para leitura das absorvâncias foram preparadas em tubo de vidro de 15 mL, com tampa rosqueada, contendo 2,5 mL do extrato de solo, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. Em seguida, as misturas foram transferidas para cubetas de vidro de 3,5 mL, com caminho ótico de 10 mm. As leituras foram efetuadas entre 40 e 60 min após a adição do ácido ascórbico, quando apresentavam a coloração definitiva (Santos; Silva; Griebeler, 2014; Silva, 2018).

Na obtenção das curvas de calibração, foram utilizadas soluções padrão contendo 1, 2, 3 e 4 mg L⁻¹ de P e as leituras foram realizadas a 660nm, em um espectrofotômetro UV-VIS. O ajuste do zero do aparelho foi obtido com a solução em branco, contendo o extrator Mehlich-1, molibdato de amônio diluído e ácido ascórbico (Teixeira *et al.*, 2017). Os valores das absorvâncias foram convertidos para teores de fósforo no solo pela equação: $y = ax$, onde y = absorvância das amostras; x = concentração de P (mg dm⁻³) e a = coeficiente angular da curva de calibração. O intercepto foi considerado na construção da curva, assumindo $b = 0$. Os resultados das medidas foram submetidos a uma análise de regressão utilizando a planilha eletrônica Excel (Microsoft Corporation, 2024) e os teores de P foram comparados entre intensidades de agitação (opm) dentro de cada horizonte. Para cada curva foi calculado o ponto de máxima disponibilidade (vértice) de P no solo.

2.2 Otimização da agitação em função do tipo de solo

Amostras de terra de diferentes classes de solo, contendo teores variados de argila, foram submetidas à agitação a 100, 120, 140, 160, 180, 200 opm em mesa agitadora orbital. As amostras foram agitadas, por 5 minutos, com 50 mL de solução Mehlich-1, sendo utilizadas três repetições por tratamento. Foram utilizadas amostras de solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, na profundidade de 0 a 20 cm, sendo estes: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1). Quatro das amostras foram coletadas em área da UFRB, e compõe uma topossequência situada às margens de uma das estradas de acesso ao açude, de área denominada cascalheira. Outras duas foram coletadas no NEAS (Núcleo de Engenharia de Água e Solo) e em uma encosta próxima a um plantio de eucaliptos. Nas Tabelas 3 e 4 são apresentadas algumas características físicas e químicas destes solos.

Tabela 3. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C_{Org}) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade.

Solo	Localização		Granulometria (g Kg ⁻¹)			C _{org} (g kg ⁻¹)
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39' 40,5"	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 4. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo.

Característica química	Amostra de solo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H_2O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm^{-3})	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm^{-3})	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm^{-3})	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm^{-3})	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+Mg (cmolc dm^{-3})	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm^{-3})	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm^{-3})	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al+H (cmolc dm^{-3})	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB ¹ (cmolc dm^{-3})	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC ² (cmolc dm^{-3})	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V ³ (%)	35	31	27	31	54	20
MO ⁴ (g kg^{-1})	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions; ³V – saturação por bases;⁴MO – matéria orgânica do solo

As soluções para extração e quantificação de P foram preparadas segundo orientações contidas no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017), sendo a curva padrão obtida com os padrões de concentração 0,5, 1, 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ de P. As misturas para leitura das absorvâncias foram preparadas em tubo de vidro com tampa rosqueada contendo 2,5 mL do extrato de solo, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. As medidas da absorvância foram efetuadas entre 40 e 60 min após a adição do ácido ascórbico, sendo as leituras efetuadas a 660 nm, em espectrofotômetro.

Os resultados das medidas dos teores de P no solo foram submetidos a uma análise de regressão, utilizando a planilha eletrônica Excel (Microsoft Corporation, 2024). Os teores de P foram comparados entre os diferentes solos e foram calculados os pontos de máxima disponibilidade de elemento no solo em função da intensidade de agitação (opm).

2.3 Efeito do uso de uma esfera de vidro durante a agitação das amostras

Neste ensaio foram utilizadas as mesmas amostras de solo e a mesma metodologia de preparo das soluções para extração e quantificação de P descritas no ensaio anterior (seção 2.2).

As amostras de seis solos representativos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano foram agitadas, por 5 minutos, com 50 ml de solução Mehlich-1 (HCl 0,05 molL⁻¹ H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹). A etapa de extração foi conduzida em mesa agitadora orbital programável, na qual as amostras de terra foram submetidas à agitação de intensidade igual 120, 180 e 220 opm, com três repetições para cada tratamento. As intensidades de agitação foram combinadas com a presença e ausência de uma esfera de vidro de 2 cm de diâmetro, inserida junto à mistura solo e solução extratora, durante o processo de extração. Após a agitação, as esferas foram retiradas dos Erlenmeyer com auxílio de uma pinça.

Os valores de concentração de P no solo foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA), considerando como principais fontes de variação a intensidade de agitação e a presença ou ausência da esfera de vidro. A análise foi realizada utilizando o software Statistica v.7 (StatSoft, 2004). O fator “solo” não foi incluído na avaliação.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A extração de fósforo de amostras de solo, usando a solução extratora Mehlich-1 tem sido estudada e modificada, ao longo do tempo, desde sua versão original proposta por Mehlich (1953). Os resultados discutidos a seguir revelam o comportamento de amostras obtidas em diferentes horizontes do solo, como também de camada de 0 a 20 cm de diferentes solos dos Tabuleiros Interioranos Recôncavo Baiano.

3.1 Efeito da agitação na disponibilidade de P, em função da profundidade

A Tabela 5 apresenta os resultados da análise dos teores de P no solo em diferentes horizontes de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico coletado em Visconde do Rio Branco (MG). Observa-se que os teores de P (mg dm⁻³) aumentam em função da intensidade de agitação, atingindo um valor máximo de disponibilidade, seguido por uma redução a partir desse ponto. Estes resultados evidenciam que há um efeito positivo do aumento da intensidade de agitação das amostras sobre a dessorção do P contido no solo, quando se utiliza o extrator Mehlich-1 durante a extração do P.

Independentemente do horizonte de solo em análise ou do teor de argila presente em cada camada, o efeito observado mantém-se consistente, variando apenas o valor da intensidade de agitação (opm), que resulta na máxima disponibilidade do elemento (Figuras 1, 2 e 3). Estudo desenvolvido por Silva e Raij (1996) concluiu que a disponibilidade de P no solo é mais bem estimada se considerados o pH e o teor de argila, e que teores de argila inferiores a 200 g kg⁻¹ não afetam significativamente

a extração pelos diferentes métodos testados. No presente estudo, embora os teores de argila tenham variado entre 230 e 410 g kg⁻¹, essa variação não alterou a tendência geral das curvas de dessorção de P.

Os maiores valores para o teor de P foram observados no horizonte A (Tabela 5), possivelmente por apresentar maior teor de carbono (Eberhardt; Vendrame; Guimarães, 2008; Pinto, 2012), ou como efeito residual de usos anteriores da área. Todavia, os resultados deste estudo não permitem determinar se os menores teores de P disponível nos horizontes Bt₁ e Bt₂ são decorrentes da redução da eficiência do extrator, causada pelo aumento no teor de argila (Sandim *et al.*, 2014), ou pela composição natural dessas camadas do solo. De acordo com Raij *et al.* (1987), em solos muito argilosos, quando são utilizados extractores ácidos, os valores de concentração de P podem ser subestimados.

Tabela 5. Concentração de P¹ em amostras de Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (PVAd), em função da intensidade de agitação

Agitação (x10 ⁻²)	opm ²	Horizonte		
		A	Bt ₁	Bt ₂
Concentração de P (mg dm ⁻³)				
1,0	100	4,05	2,20	2,45
1,2	120	4,23	2,22	2,43
1,4	140	5,09	2,75	3,14
1,6	160	5,29	2,77	3,21
1,8	180	5,46	2,59	3,21
2,0	200	5,25	2,61	3,24
2,2	220	4,83	2,59	3,02

Autor: Francisco Fadigas

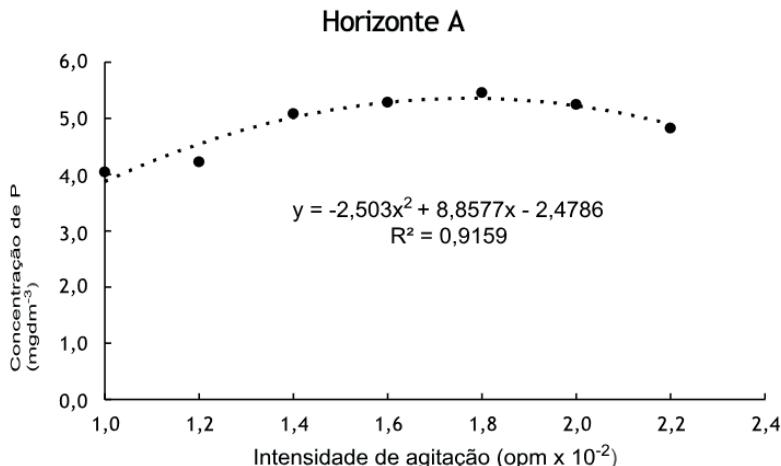
Nota: ¹ Leituras efetuadas em espectrofotômetro de absorção molecular a 660 nm

² opm - Oscilações por minuto

Este resultado também pode ser visualizado nas Figuras 1, 2 e 3. As equações de regressão quadráticas foram calculadas para cada horizonte do solo, mostrando claramente uma tendência para redução na quantidade de P extraído acima de 200 opm. O aumento da intensidade de agitação, acima desse valor, resultou em menores concentrações de P no extrato, o que, possivelmente, pode estar associado ao processo de readsorção do P na fase sólida do solo. É de consenso entre diversos autores que a disponibilidade do P nos solos é, em geral, muito baixa, além de que os solos brasileiros possuem alta capacidade de adsorção (Raij, 1991; Novais; Smyth, 1999). De acordo com Meurer (2007), os solos brasileiros contêm elevados teores de óxidos, principalmente de Fe, e em condições de acidez a superfície desses óxidos

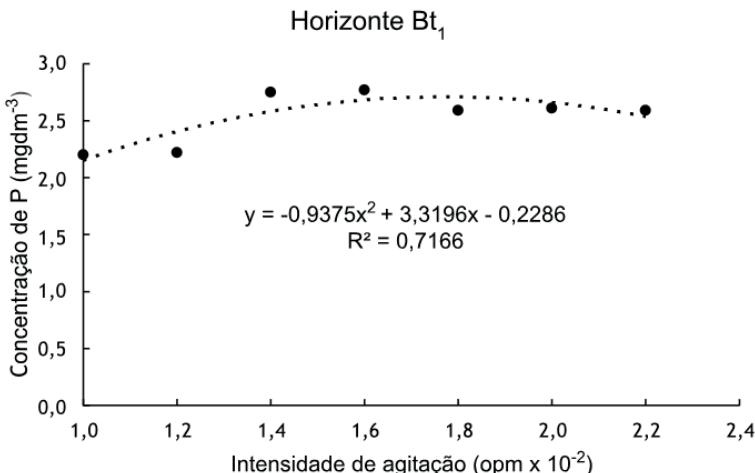
está carregada positivamente, atraindo ânions, como fosfatos, sulfato e molibdato. Na presença de óxidos de Fe, o ânion fosfato (PO_4^{3-}) forma complexo de esfera interna com alta energia de ligação, o que é favorecido em condições de pH ácido (Meurer, 2017). Uma possibilidade a ser considerada é o surgimento de novas cargas positivas de superfície, durante a agitação, que poderia resultar na fixação do P recém extraído, por adsorção específica, também conhecida como quimissorção.

Figura 1. Teores de P (mg dm^{-3}) no horizonte A de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm)



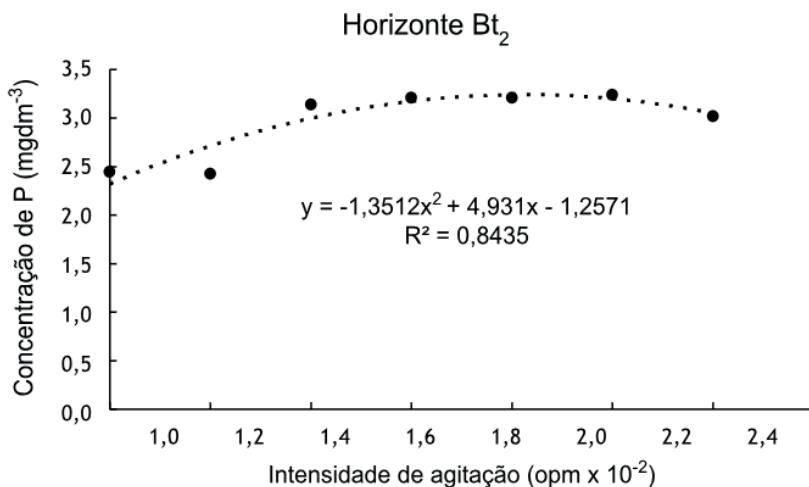
Autor: Francisco Fadigas

Figura 2. Teores de P (mg dm^{-3}) no horizonte Bt1 de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm)



Autor: Francisco Fadigas

Figura 3. Teores de P (mg dm⁻³) no horizonte Bt₂ de um Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico, em função da intensidade de agitação (opm)



Autor: Francisco Fadigas

Verificou-se que os teores de fósforo (P) obtidos com intensidades de agitação inferiores a 140 opm foram numericamente menores em comparação com aqueles alcançados na faixa entre 160 e 200 opm. As equações de regressão quadrática possibilitaram o cálculo dos pontos de máxima (PM), correspondentes aos vértices das funções, considerando a variável dependente y (teor de P) e a variável independente x (intensidade de agitação, em opm), conforme apresentado na Tabela 6. Com base nos resultados, identificou-se que a intensidade de 180 opm representa o ponto onde se obtém a maior quantidade de P disponível nas amostras dos horizontes do solo analisado.

Tabela 6. Valores dos pontos máximos (vértices) em X (opm) e Y (concentração de P), em função da intensidade de agitação, para as equações de regressão quadráticas de cada horizonte do PVAd.

Horizonte	Xv ¹	opm ²	Yv ³
A	1,77	177	5,36
Bt ₁	1,77	177	2,71
Bt ₂	1,82	182	3,24
Média	-	179	-

Autor: Francisco Fadigas

Notas: ¹ $Xv = -b/2a$

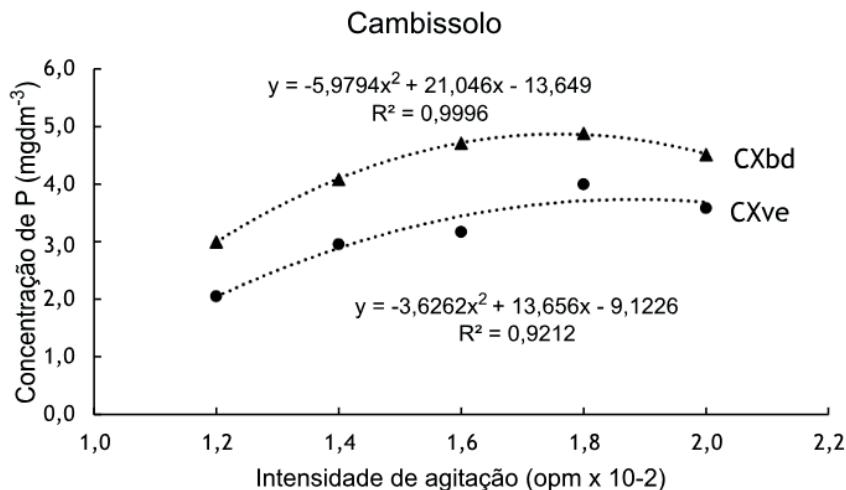
² opm - Oscilações por minuto

³ $Yv = -(b^2 - 4ac)/4a$

3.2 Efeito da agitação em relação aos teores de P em diferentes solos

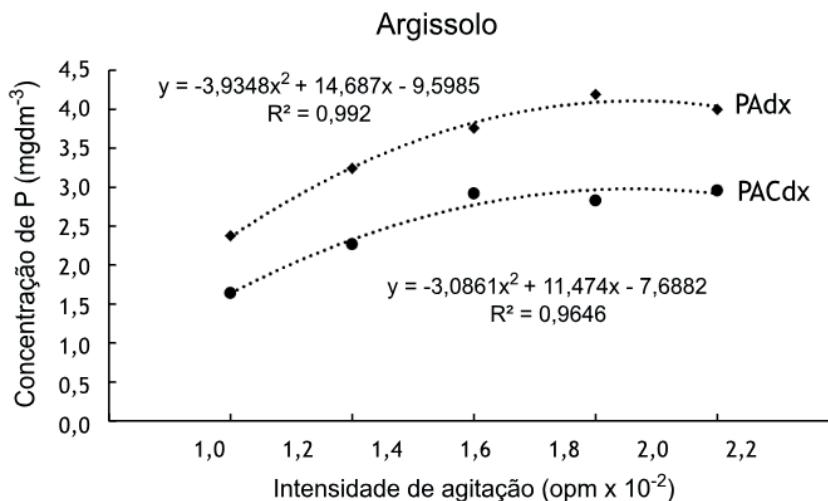
As Figuras 4, 5 e 6 apresentam os gráficos e as equações de regressão quadráticas obtidas para os solos estudados, agrupados conforme suas respectivas classes (Santos *et al.*, 2018). A análise gráfica permite concluir que os modelos matemáticos descrevem adequadamente o comportamento do teor de P, em função da intensidade de agitação. Em todos os casos, exceto no Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1), os valores dos coeficientes de determinação (R^2) estão acima de 0,9, indicando que as equações quadráticas ajustadas descrevem convenientemente o efeito da agitação na disponibilização do P contido nas amostras.

Figura 4. Disponibilidade de fósforo (P) em Cambissolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração



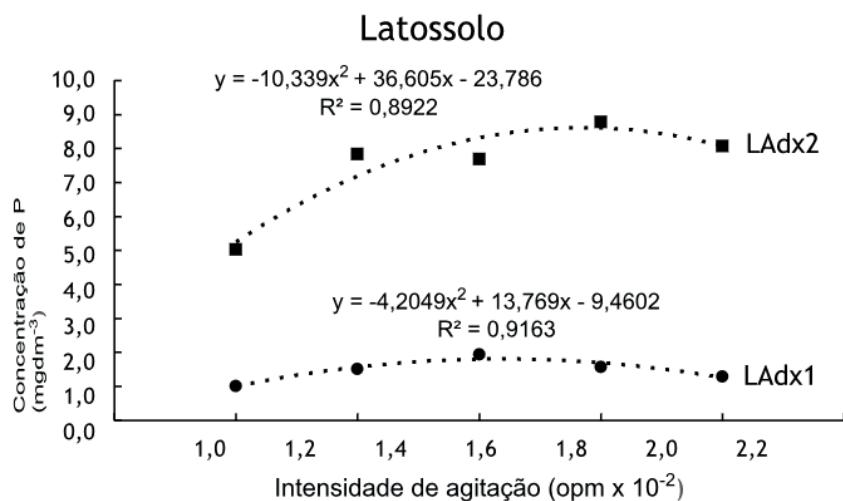
Autor: Francisco Fadigas

Figura 5. Disponibilidade de fósforo (P) em Argissolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração



Autor: Francisco Fadigas

Figura 6. Disponibilidade de fósforo (P) em Latossolos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano, em função da intensidade de agitação durante a etapa de extração



Autor: Francisco Fadigas

Os solos estudados, de modo geral, são de baixa fertilidade, fato comum nos solos de tabuleiro do Recôncavo Baiano (Moreau *et al.*, 2006; Carvalho; Nunes, 2022). As maiores quantidades de P disponível no extrato, ou seja, os pontos de máxima disponibilidade (PMx), foram registradas na faixa de 160 a 190 opm, nos solos estudados. O valor médio do ponto de máxima disponibilidade de P foi de 180 opm (Tabela 7). O aumento da intensidade de agitação além dessa faixa resultou em menores concentrações de P no extrato, reproduzindo a mesma tendência encontrada nos horizontes do Argissolo Vermelho-Amarelo distrófico (Tabela 5).

Tabela 7. Valores dos pontos máximos (vértices) em X (opm) e Y (concentração de P), em função da intensidade de agitação, para as equações de regressão quadráticas ($y = ax^2 + bx + c$) de cada solo.

Solo	PMx ¹	opm ²	PMy ³
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	1,88	188	3,73
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	1,76	176	4,87
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	1,87	187	4,11
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	1,86	186	2,98
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	1,77	177	8,61
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	1,64	164	1,81
Média	-	180	-

Autor: Francisco Fadigas

Notas: ¹PMx = -b/2a

²opm - Oscilações por minuto

³PMy = -(b² - 4ac)/4a

Como já discutido anteriormente, esses resultados podem ser atribuídos ao processo de readsorção do P na fase sólida do solo, durante o tempo decorrido entre a decantação das amostras e o momento em que são pipetados os extratos para análise do P. Broggi (2004), ao avaliar a disponibilidade de P em solos com diferentes composições mineralógicas observou maior adsorção em solos como Latossolo Amarelo distrófico (LAd), Latossolo Vermelho Amarelo distrófico (LVAd) e Nitossolo Vermelho distroférrico (NVdf). Segundo o autor, isto evidencia a elevada capacidade de adsorção de P em solos com predominância de gibbsita, goethita e hematita na fração argila, minerais que também estão presentes nos solos deste estudo. Por outro lado, em solos altamente intemperizados, de carga variável e ricos em argilominerais 1:1 e óxidos, quando o pH está abaixo do PCZ (ponto de carga zero) do solo, as cargas são predominantemente positivas, criando condições que favorecem a fixação dos fosfatos (Tiecher, 2015).

Considerando a média dos pontos de máxima (PMx) das equações quadráticas obtidas para os solos em estudo, pode-se concluir que 180 opm representa a intensidade ideal de agitação para obtenção da disponibilidade máxima de P no extrato, em solos com características similares ao deste estudo.

3.3 Impacto do uso de uma esfera de vidro na disponibilidade de P no solo

Os resultados da análise de variância (Tabela 8) indicaram que o uso da esfera de vidro durante o processo de obtenção do extrato contendo P a partir das amostras de solo não apresentou efeito significativo. Para os solos em estudo e nas condições experimentais adotadas, a presença da esfera de vidro não aumentou a disponibilidade de P no extrato de solo, sugerindo que esta prática não influenciou o processo de dessorção do P.

Um fator que pode estar relacionado à ausência de efeito do uso da esfera de vidro é o tempo de agitação de 5 min considerado no método de extração descrito no *Manual de métodos de análise de solo* (Teixeira et al., 2017). Os métodos que recomendam a desagregação prévia das amostras de solo especificam uma agitação da mistura solo e água (1:10) durante 15 min (Raij et al., 1987; Ferreira; Cruz; Ferreira Junior, 1990; Raij; Quaggio, 2001; Camargo et al., 2009). Assim, é possível que uma agitação de apenas 5 minutos não seja suficiente para garantir a desagregação completa das partículas de solo.

Tabela 8. ANOVA - Efeito da intensidade de agitação e da presença (ou ausência) da esfera de vidro sobre a disponibilidade de P no solo

Efeito	Soma de Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F	p (significância)
opm ¹	42,179	2	21,089	4,5198	0,013
esfera ²	0,688	1	0,688	0,1474	0,702
opm*esfera	0,583	2	0,292	0,0625	0,939
Resíduo	475,936	102	4,666		

Autor: Francisco Fadigas
Notas: ¹ opm – Oscilações por minuto.

² Presença e ausência de uma esfera de vidro com 2 cm de diâmetro.

Os resultados deste ensaio também indicaram um efeito significativo da intensidade de agitação das amostras de solo durante o processo de extração. Embora algumas metodologias proponham agitações de 200 rpm a 250 rpm (Meneghetti, 2018; Sá; Guedes, 2023), as maiores médias para os teores de P no solo foram observadas com agitação a 180 opm (Tabela 9). Uma possível explicação para a ausência de aumento na disponibilidade de P a 220 opm pode estar relacionada

à formação de novos sítios de adsorção devido à agitação mais intensa (Wang, 1997). Estes sítios podem promover a readsorção do P previamente disponibilizado na solução, especialmente durante a etapa de decantação do extrato. A fração argila dos solos em questão é constituída por partículas pequenas como óxidos e oxihidróxidos os quais, uma vez dispersos, poderiam atuar na quimissorção do P liberado durante a agitação. Outra possibilidade é a de formação de compostos de baixa solubilidade entre o P e elementos como ferro e alumínio, que costumam ser abundantes em solos (Raij *et al.*, 1987).

Tabela 9. Comparação das médias obtidas para teor de P disponível no solo, em função da agitação e sem a presença da esfera de vidro.

Solo	P (mg dm ⁻³)		
	opm1		
	120 ²	180	220
Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve)	3,6 ± 0,2	4,8 ± 0,2	4,3 ± 0,1
Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd)	4,4 ± 0,2	5,8 ± 0,1	4,8 ± 0,0
Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx)	3,3 ± 0,1	4,6 ± 0,1	3,7 ± 0,1
Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx)	7,3 ± 0,6	9,4 ± 0,2	8,1 ± 0,5
Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2)	1,0 ± 0,1	1,8 ± 0,1	1,0 ± 0,1
Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1)	2,7 ± 0,1	3,9 ± 0,1	3,1 ± 0,1

Nota: ¹opm – Oscilações por minuto

²Média ± desvio padrão

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados encontrados neste estudo, pode-se concluir que:

1. Em ambos os ensaios, as maiores quantidades de P disponível no extrato foram obtidas com agitação em torno de 180 opm, para os horizontes e solos estudados.
2. O aumento da intensidade de agitação, acima desse valor, resultou em menores concentrações de P no extrato.
3. Considerando a média dos pontos de máxima (PMx) das equações quadráticas, pode-se concluir que 180 opm representa a intensidade ideal de agitação para obtenção da disponibilidade máxima de P no extrato, em solos com características similares ao deste estudo.
4. O uso da esfera de vidro não teve efeito sobre a disponibilidade do fósforo no extrato do solo, independente da intensidade de agitação.

5. REFERÊNCIAS

- BROGGI, F. **Adsorção e disponibilidade de fósforo em solos com diferentes composições mineralógicas.** 2004. 61 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2004.
- CAMARGO, O. A. et al. **Métodos de Análise Química, Mineralógica e Física de Solos do Instituto Agronômico de Campinas.** Campinas, SP: Instituto Agronômico, 2009. 77 p. (Boletim técnico, 106, Edição revista e atualizada)
- CARVALHO, C. C. N.; NUNES, F. C. Solos de tabuleiro do Recôncavo Baiano (Brasil): gênese, transformação e neotectonismo. **Revista de Geociências do Nordeste**, v. 8, n. 2, p. 114-125, 2022.
- COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS. **Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais - 5ª Aprox.** Ribeiro, A. C.; Guimarães, P. T. G; Alvarez V., V. H., Editores. Viçosa, MG: CFSEMG, 1999. 359p.
- EBERHARDT, D. N.; VENDRAME, P. R. S.; GUIMARÃES, M. F. Influência da granulometria e da mineralogia sobre a retenção do fósforo em latossolos sob pastagens no cerrado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 32, p.1009- 1016, 2008.
- FARIAS, D. R. et al. Fósforo em solos representativos do estado da paraíba. I - isotermas de adsorção e medidas do fator capacidade de fósforo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v.33, p.623-632, 2009
- FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P da; FERREIRA JUNIOR, M. E. **Avaliação da fertilidade empregando o sistema IAC de análise de solo.** Jaboticabal, SP: FCAV, 1990. 94 p.
- FREITAS, I. F. Fósforo extraído com resinas trocadoras de íons e Mehlich-1 de latossolos submetidos a fontes e doses de fósforo e tempos de contato. 2012. 42 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2012.
- MENEGHETTI, A. M. **Manual de procedimentos de amostragem e análise química de plantas, solo e fertilizantes.** Curitiba, PR: EDUTFPR, 2018. 252 p.
- MEURER, E. J. Fatores que influenciam o crescimento e o desenvolvimento das plantas. In: NOVAIS, R. F. et al. (eds.). **Fertilidade do solo.** Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007.
- MEURER, E. J. **Fundamentos de Química do Solo.** 6. ed. Porto Alegre: Evangraf, 2017.
- MICROSOFT CORPORATION. **Excel:** software para planilhas eletrônicas. Office 365. Redmond: Microsoft, 2024.

MOREAU, A. M. S. S. et al. Caracterização de solos de duas toposequências em tabuleiros costeiros do sul da Bahia. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 30, p. 1007-1019, 2006.

NOVAIS, R. F.; SMYTH, T. J. **Fósforo em solo e planta em condições tropicais**. Viçosa, MG: UFV, 1999. 399 p.

PINTO, F. A. **Sorção e dessorção de fósforo em solos de cerrado**. 2012. 46 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Federal de Goiás, Itajaí, 2012.

PRIMAVESI, A. C. Métodos de análise de solo. In: NOGUEIRA, A. R. A., SOUZA, G. B. (eds.). **Manual de Laboratório: Solo, água, nutrição vegetal, nutrição animal e alimentos**. São Carlos (SP): Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. 334 p.

RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e adubação**. Piracicaba: CERES, 1991. 343p.

RAIJ, B. van et al. **Análise química de solos para fins de fertilidade**. Campinas, SP: Fundação Cargill, 1987. 170p.

RAIJ, B. van.; QUAGGIO, J. A. Determinação de fósforo, cálcio, magnésio e potássio extraídos com resina trocadora de íons. In: RAIJ, B. V. et al. (Org.). **Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais**. Campinas, SP: Instituto Agronômico, 2001. p. 189-199.

RANNO, S. K. et al. Capacidade de adsorção de fósforo em solos de várzea no estado do Rio Grande do Sul. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Viçosa, v. 31, p. 21-28, 2007.

RAPOSO, R. W. C. **Metodologias para análise química da fertilidade e salinidade do solo e água**. Areia, PB: UFPB, 2014. 66p.

RHEINHEIMER, D. S. et al. Dessorção de fósforo avaliada por extrações sucessivas em amostras de solo provenientes dos sistemas plantio direto e convencional. *Ciência Rural*, Santa Maria, v. 33, n. 6, p. 1053-1059, nov.-dez. 2003.

SÁ, L. P.; GUEDES, J. N. **Manual de rotina**: um guia prático para análises de solos, água, tecido vegetal, biofertilizantes e corretivos. Montes Claros, MG: Editora do IFNMG, 2023. 67 p.

SANDIM, A. S. et al. Phosphorus availability in oxidic soils treated with lime and silicate applications. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Viçosa, v.38, p.1215-1222, 2014.

SANTOS, H. G. dos et al. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2018.

SANTOS, L. S.; SILVA, L. S.; GRIEBELER, G. Ácido ascórbico como agente redutor para a determinação de fósforo por colorimetria. *Ciência Rural*, Santa Maria, v. 44, n. 6, p. 1015-1018, 2014.

SILVA, F. C. da. **Avaliação da disponibilidade de fósforo por diversos extractores em solos cultivados com cana-de-açúcar (*Saccharum spp.*)**. 1991. 165 p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1991.

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

SILVA, F. C. et al. **Manual de métodos de para avaliação da fertilidade do solo**. Rio de Janeiro RJ: EMBRAPA-CNPS, 1998. 56p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 3).

SILVA, F. C.; RAIJ, B. van. Disponibilidade de fósforo em solos avaliada, por diferentes extractores, em amostras de solos cultivados com cana-de açúcar. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 20, p. 83-90, 1996.

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167 p.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8^a edição norte-americana. São Paulo (SP): Thomson, 2006. 999 p

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 7. Tulsa, OK: StatSoft, 2004.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

TIECHER, T. **A química antes da química do solo**. Porto Alegre, RS: URI – Frederico Westph, 2015. [recurso eletrônico].

VINHAL-FREITAS, I. C. et al. Adsorção e dessorção de metais no solo e coeficientes de isotermas de Freundlich e Langmuir. **Agropecuária Técnica**, Areia, v. 31, n. 2, 2010.

WANG, X. Phosphorus sorption, desorption and availability in oxisols and ultisols as influenced by soil aggregate size. 1997. Tese (Doutorado) – University of Hawai'i, Manoa, Hawai, 1997.



C A P Í T U L O 6

NOTA SOBRE OS CÁLCULOS DA CONCENTRAÇÃO DE P NO SOLO

Francisco de Souza Fadigas

Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC) / Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB), Cruz das Almas, Bahia, Brasil

Resumo: As curvas de calibração para a análise de fósforo (P) por espectrofotometria são normalmente descritas por uma equação linear do tipo $y = ax + b$, obtida por análise de regressão. Ao plotar as leituras da absorbância de soluções padrão num gráfico estas fornecem uma reta que passa pela origem (0;0) do eixo cartesiano. Neste estudo, avaliou-se o impacto da inclusão do coeficiente linear (b) nas equações de regressão utilizadas na de P extraído com Mehlich-1, quando este é quantificado pelo método do azul de molibdênio. Foram construídas curvas de calibração a partir de três conjuntos de soluções padrão de P, com as seguintes concentrações: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹, 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mg L⁻¹ e 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹. As equações lineares foram ajustadas com e sem o termo b , utilizando planilhas eletrônicas, e aplicadas para estimar o teor de P em amostras de seis solos dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano. Os resultados indicaram que, quando adotadas boas práticas analíticas, o valor de b tende a ser nulo ou desprezível. Dessa forma, a exclusão do coeficiente linear nas equações de calibração não compromete a precisão da análise de fósforo em solos.

Palavras-chave: análise de fósforo; coeficiente linear; curva de calibração; equação linear.

Note on soil P concentration calculations

Abstract: Calibration curves for phosphorus (P) analysis by spectrophotometry are typically described by a linear equation of the form $y = ax + b$, obtained through regression analysis. When plotting the absorbance readings of standard solutions, the resulting line usually passes through the origin (0,0) of the Cartesian plane. This study evaluated the impact of including the linear coefficient (b) in regression equations used to determine P extracted with Mehlich-1, quantified by the molybdenum blue

method. Calibration curves were constructed using three sets of standard P solutions, with the following concentrations: 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0; and 4.0 mg L⁻¹; 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; and 2.0 mg L⁻¹; and 0.0; 1.0; 2.0; 3.0; and 4.0 mg L⁻¹. Linear equations were fitted with and without the *b* term using spreadsheet software and then applied to estimate the P concentration in six soil groups from the Inland Tablelands of the Recôncavo Baiano. The results indicated that, when good analytical practices are followed, the value of *b* tends to be zero or negligible. Therefore, omitting the linear coefficient in calibration equations does not compromise the accuracy of phosphorus determination in soil samples.

Keywords: phosphorus analysis; linear coefficient; calibration curve; linear equation.

1. INTRODUÇÃO

A calibração de instrumentos e procedimentos pode ser obtida com o uso de padrões externos, quando não há efeito de interferência de componentes da matriz na solução do analito. Neste caso, pode ser preparada uma série de soluções contendo o analito em concentrações conhecidas e, então, usadas no processo de calibração (Skoog et al., 2006). Uma curva de calibração típica pode ser descrita por uma reta do tipo $y = ax+b$, o que pode ser facilmente obtido por meio de uma análise de regressão, utilizando o método dos mínimos quadrados (Harris, 2012). O coeficiente angular (*a*) da curva de calibração obtido por regressão linear reflete a sensibilidade da resposta do analito ao comprimento de onda utilizado, permitindo verificar a qual comprimento de onda as soluções padrão coloridas são mais sensíveis. Por sua vez, o coeficiente de determinação (*R*²) da regressão permite uma estimativa da qualidade da curva obtida, pois, quanto mais próximo da unidade, maior a precisão do conjunto de pontos experimentais e menor a incerteza dos coeficientes de regressão estimados (Augusto; Andrade; Custodio, 2018).

Historicamente, os gráficos e cálculos da equação que define a curva de calibração para fósforo (P) têm sido elaborados assumindo o coeficiente linear igual a zero (*b* = 0). Desde as primeiras publicações de manuais de análise de solos que incluem o uso do extrator Mehlich-1 para a determinação de P, a equação da reta de calibração tem sido expressa na forma $y = ax$, com intercepto na origem (Vetori, 1969; EMBRAPA, 1979; Tedesco et al., 1995; Silva, 1998; Silva, 2009; Donagema, 2011; Silva, 2018).

Tedesco et al. (1995) definem a curva de calibração de P pela equação 1, assumindo que o coeficiente linear *b* = 0 (coeficiente linear), ou seja, que na ausência de P no padrão, a absorvância é igual a zero. Dessa forma, a reta passa pela origem do plano cartesiano (0,0). Segundo esses autores, o teor de P no solo é calculado usando a fórmula 1, sem considerar o valor do coeficiente linear *b*.

$$\text{Equação 1: } y = 0,18913x \quad R^2 = 0,9993$$

$$\text{Fórmula 1: } P(\text{mg dm}^{-3}) = \text{leitura} \times f_c \times f_d$$

onde: Leitura - absorvância medida para a mostra; f_c - fator de concentração para o ponto 1,75 mg L⁻¹; f_d – fator de diluição da amostra.

Um outro método, descrito por Silva (2009), recomenda a preparação de uma curva padrão a partir de soluções diluídas de P (1, 2, 3 e 4 mg L⁻¹) e a realização das leituras de absorvância em espectrofotômetro devidamente calibrado. Segundo o autor, as leituras desses quatro padrões guardam uma proporção constante entre si e, quando plotadas em um gráfico, fornecem uma reta que passa pela origem, ou seja, pelo ponto 0,0 do plano cartesiano. Consequentemente, o valor do coeficiente linear (b), neste caso, será igual a zero. O cálculo da concentração, realizado com fórmula 2, considera apenas o fator F_p , que corresponde ao coeficiente angular (a) da reta obtida com os padrões de P.

$$\text{Fórmula 2: } \text{mg de P/dm}^{-3} \text{ na TSFA} = \text{leitura} \times 10 \times F_p$$

Onde: leitura – absorvância medida; Valor 10 – diluição sofrida na extração (1:10); F_p – coeficiente angular da reta de calibração.

Na versão do *Manual de Métodos de Análise de Solo* publicada em 2017 (Teixeira et al., 2017), foi introduzido o uso do coeficiente linear (b) no cálculo do teor de P no solo, conforme apresentado na fórmula 3. A inclusão do coeficiente linear indica que a curva de calibração necessariamente não passa pela origem (0,0), sugerindo que, mesmo para uma concentração zero (ausência) de P no padrão (branco do reagente), o espectrofotômetro registrará um sinal analítico.

$$\text{Fórmula 3: } P = (L - b) \cdot d \cdot 10/a$$

Onde: P – concentração de fósforo disponível no solo, em mg kg⁻¹; L – leitura da amostra, em absorvância; a – coeficiente angular da reta dos padrões; b – coeficiente linear da reta dos padrões; d – fator de diluição do extrato de Mehlich- 1; Valor 10 – fator que leva em consideração a diluição solo : extrator.

Diante do exposto, o objetivo deste estudo foi avaliar o impacto da inclusão do coeficiente linear (b) nas equações de regressão utilizadas na determinação do fósforo (P) extraído com Mehlich-1 e quantificado pelo método do azul de molibdênio.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Foram construídas curvas de calibração a partir de três conjuntos de soluções padrão de P, com as seguintes concentrações: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹ (denominada curva total - CT), 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹ (denominada curva completa - CC) e 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mg L⁻¹ (denominada meia curva - MC). As equações lineares ajustadas para cada curva foram calculadas com e sem a presença do *b*, utilizando a planilha eletrônica Excel, versão disponível no pacote Microsoft 365.

Estas equações foram, então, aplicadas para o cálculo dos valores da concentração de P em amostras de seis solos provenientes dos Tabuleiros Interioranos do Recôncavo Baiano: Cambissolo Háplico Ta Eutrófico leptofragmentário (CXve); Cambissolo Háplico Distrófico petroplíntico (CXbd); Argissolo Amarelo Distrófico típico (PAdx); Argissolo Acinzentado Distrocoeso típico (PACdx); Latossolo Amarelo Distrocoeso argissólico (LAdx2); Latossolo Amarelo Distrocoeso típico (LAdx1). As amostras foram coletadas na profundidade de 0 a 20 cm e apresentavam diferentes teores de argila, além de variações nos teores de P disponível (Tabelas 1 e 2). Para a obtenção e quantificação do P extraído, as amostras de solo foram submetidas à agitação a 180 opm, em mesa agitadora orbital. As amostras foram agitadas, por 5 minutos, com 50 mL de solução Mehlich- 1 (HCl 0,05 molL⁻¹ e H₂SO₄ 0,025 molL⁻¹), em Erlenmeyer de 125 mL, sendo utilizadas três repetições por tratamento.

A quantificação do P nas amostras de solo foi realizada pelo método do azul de molibdênio. As misturas para leitura foram preparadas em tubos de vidro, com tampa rosqueada de 15 mL, contendo 2,5 mL do extrato decantado, 5,0 mL de solução de molibdato de amônio diluída e 15 mg de ácido ascórbico. As leituras de absorvância foram realizadas entre 30 e 60 minutos após a adição do ácido ascórbico, utilizando um espectrofotômetro UV-VIS ajustado para 660 nm.

Tabela 1. Localização, composição granulométrica e teor de Carbono (C_{Org}) dos solos utilizados no estudo na camada de 0 a 20 cm de profundidade

Solo kg ⁻¹)	Localização		Granulometria (g Kg ⁻¹)			C _{Org} (g)
	(Coordenadas Geográficas)		Argila	Silte	Areia	
CXve	S 12°39'38,7"	W 039°04'41,3"	173	187	640	11,0
CXbd	S 12°39' 40,5"	W 039°04'42,3"	468	103	429	12,8
PAdx	S 12°39'41,1"	W 039°04'43,0"	427	89	484	12,6
PACdx	S 12°39'42,1"	W 039°05'37,1"	191	128	681	10,8
LAdx2	S 12°39'42,4"	W 039°04'42,4"	243	118	639	13,0
LAdx1	S 12°39'19,5	W 039°05'18,6"	283	72	645	6,0

Autor: Francisco Fadigas

Tabela 2. Resultados das análises químicas dos solos utilizados no estudo

Característica química	Amostra de solo					
	CXve	CXbd	PAdx	PACdx	LAdx2	LAdx1
pH (H ₂ O)	4,3	4,5	4,3	4,6	5,2	4,4
P (mg dm ⁻³)	4,0	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0
K (cmolc dm ⁻³)	0,2	0,18	0,20	0,12	0,14	0,04
Ca (cmolc dm ⁻³)	1,06	0,94	0,71	0,88	2,36	0,30
Mg (cmolc dm ⁻³)	0,90	0,64	0,58	0,50	0,90	0,18
Ca+ Mg (cmolc dm ⁻³)	1,96	1,57	1,30	1,38	3,26	0,48
Al (cmolc dm ⁻³)	1,2	1,0	1,5	0,7	0,2	0,9
Na (cmolc dm ⁻³)	0,05	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03
Al + H (cmolc dm ⁻³)	4,17	3,96	4,15	3,41	2,88	2,16
SB ¹ (cmolc dm ⁻³)	2,21	1,78	1,55	1,54	3,42	0,55
CTC ² (cmolc dm ⁻³)	6,38	5,74	5,69	4,95	6,30	2,70
V ³ (%)	35	31	27	31	54	20
MO ⁴ (g kg ⁻¹)	12,7	13,0	13,8	14,0	19,3	9,3

Autor: Francisco Fadigas

Nota: ¹SB - soma de bases; ²CTC – capacidade de troca de cátions;

³V – saturação por bases; ⁴MO – matéria orgânica do solo

Os valores de concentração de P no solo foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA), considerando o tipo de curva e a presença ou ausência do coeficiente linear (*b*) como principais fontes de variação. Foi utilizado o software Statistica v.7 (StatSoft, 2004) na análise dos dados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 3 apresenta as equações correspondentes às curvas de calibração, construídas a partir de conjuntos de padrões com diferentes concentrações de fósforo (P). Os valores obtidos para o coeficiente linear (*b*) nas três equações variaram entre 0,004 e 0,006. Observou-se que os coeficientes angulares (*a*) foram numericamente maiores nas equações calculadas com o intercepto fixado em zero. No entanto, admitir um valor distinto de zero para *b* configura uma violação de um dos pressupostos básicos do método de calibração com padrões externos, quando o equipamento é ajustado com a solução branca do reagente.

Tabela 3. Curvas de calibração utilizando diferentes conjuntos de soluções padrão de fósforo obtidas por espectrofotometria de absorção molecular a 660 nm¹

Equação com <i>b</i>	R ²	Equação sem <i>b</i>	R ²
$Y = 0,1489x + 0,0065^2$	0,9996	$Y = 0,1513x$	0,9997
$Y = 0,1513x + 0,0044^3$	0,9988	$Y = 0,1543x$	0,9994
$Y = 0,1494x + 0,0043^4$	0,9997	$Y = 0,1508x$	0,9999

Autor: Francisco Fadigas

Notas: ¹Método do azul de molibdato

²Padrões: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹ de P (CT)

³Padrões: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0 mg L⁻¹ de P (CC)

⁴Padrões: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mg L⁻¹ de P (MC)

Admitindo-se que o espectrofotômetro deve ser calibrado para o ponto zero de absorvância com o padrão do branco do reagente (0,0 mg L⁻¹ de P), contendo o extrator Mehlich-1(solvente) e todos os demais reagentes utilizados no preparo das amostras e dos padrões do analito, então, em teoria, não há por que cogitar um valor de *b* na equação. Necessariamente, quando a concentração de P no padrão é zero (ausência de P) o valor da absorvância neste ponto da curva também será zero. Este procedimento também é descrito por Silva (2018) na publicação *Análise de Solos para Ciências Agrárias*.

Outra abordagem possível, do ponto de vista analítico, consiste em realizar a leitura da absorvância do branco do reagente separadamente e, em seguida, subtrair esse valor das leituras obtidas para os padrões e amostras. Nesse caso, a curva de calibração também deve interceptar a origem do plano cartesiano, uma vez que o ajuste do “zero” do equipamento seria feito na ausência de fósforo (P) na solução (Grasshoff, Kremling e Ehhardt, 1999).

O surgimento de um valor distinto de zero para o coeficiente linear (*b*), ao se determinar a equação da curva de calibração do fósforo (P) em planilhas eletrônicas, decorre da tentativa de ajustar matematicamente o modelo aos pontos experimentais de absorvância dos padrões. O modelo gerado pelo método dos mínimos quadrados incorpora as variações observadas nas leituras, buscando minimizar os desvios e obter a melhor linha de ajuste possível. Assim, *b* só assume valor diferente de zero quando os pontos não se alinham perfeitamente à origem. Ressalta-se que programas como o Excel permitem fixar a interseção da curva no ponto (0,0) por meio do recurso “definir interseção”, o que elimina a presença de *b* na equação resultante.

Nesse contexto, as variações que resultam no aparecimento de um valor para *b* estão associadas a má qualidade da curva de calibração. Por isso, é importante corrigir possíveis erros na preparação dos padrões, nos ajustes operacionais do

equipamento, na obtenção das medidas das absorvâncias dos padrões da curva de calibração e assegurar que as matrizes de padrões e amostras estejam adequadamente equalizadas. Quando são seguidas as boas práticas analíticas, as equações obtidas tendem a apresentar valores de b próximos de zero ou suficientemente baixos para serem considerados desprezíveis.

A Tabela 4 apresenta os resultados da análise de variância univariada (ANOVA) para os teores de P no solo, utilizando as equações obtidas a partir de curvas de calibração (Tabela 3), considerando ou não o valor de b . Os resultados indicam que não houve efeito significativo para o fator b no cálculo (presença ou ausência de b). Assim, pode-se concluir que os valores de P no solo não diferem estatisticamente entre si, usando ou não o valor de b obtido na equação de ajuste do modelo matemático (Tabela 5). Este resultado reforça a ideia de que, em curvas de calibração bem construídas, o valor de b é dispensável no cálculo do teor de P em amostras de solo simplificando-se a fórmula para cálculo (fórmula 4) como segue:

$$\text{Fórmula 4: } P = L \cdot d \cdot 10/a$$

onde: P – concentração de fósforo disponível no solo, em mg dm⁻³; L – leitura da absorvância (A); a – coeficiente angular da reta dos padrões; d – fator de diluição do extrato de Mehlich-1, quando uma diluição for necessária durante a quantificação; Valor 10 – fator que leva em consideração a relação de diluição solo: extrator (5 ml de solo : 50 do extrator).

Tabela 4. ANOVA - Efeito do uso ou não do coeficiente linear (b) na equação para o cálculo dos teores de P no solo, em função da curva de calibração utilizada

Efeito	Soma de Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F	p (significância)
Fórmula ¹	0,121	2	0,061	0,0108	0,989
Fator b ²	1,863	1	1,863	0,3329	0,565
Fórmula*Fator b	0,161	2	0,081	0,0144	0,986
Resíduo	570,789	102	5,596		

Autor: Francisco Fadigas

Notas: ¹ Equações lineares transformadas em fórmulas para cálculo do teor de P no solo.

² Presença e ausência do coeficiente linear (b) no cálculo do teor de P no solo.

Tabela 5. Comparação das médias obtidas para os valores de P no solo em função do tipo de curva de calibração e da presença ou não do coeficiente linear (*b*)

Formula ¹	Concentração de P (mg dm ⁻³) ²	
	Com <i>b</i>	Sem <i>b</i>
Curva total (CT)	4,1	4,5
Curva completa (CC)	4,2	4,2
Meia curva (MC)	4,2	4,4

Autor: Francisco Fadigas

Notas: 1 Equações lineares transformadas em fórmulas para cálculo do teor de P no solo.

² Média geral para os seis solos.

4. CONCLUSÃO

Com base nas considerações apresentadas, recomenda-se o ajuste do ponto zero da curva de calibração utilizando a solução branca do reagente, sendo desaconselhada a inclusão do coeficiente linear (*b*) no cálculo do teor de fósforo (P) no solo.”

5. REFERÊNCIAS

AUGUSTO, F.; ANDRADE, J. C. A.; CUSTODIO, R. Faixa linear de uma curva de calibração. **Revista Chemkeys**, n. 3, p. 1-8, set. 2018. Disponível em: <https://econtents.bc.unicamp.br/inpec/index.php/chemkeys/article/view/9627>. Acesso: 23 nov. 2024.

DONAGEMA, G. K. et al. (orgs). **Manual de métodos de análise de solos**. Rio de Janeiro, RJ: Embrapa Solos, 2011. 230 p. (Documentos / Embrapa Solos, ISSN 1517-2627; 132).

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, RJ: EMBRAPA-SNLCS, 1979.

GRASSHOFF, K.; KREMLING, K.; EHHARDT, M. **Methods of Seawater Analysis**. Alemanha: WILEY-VCH, 1999.

HARRIS, D. C.; BARCIA, O. E. **Análise Química Quantitativa** . 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2012. 920p.

SILVA, F. C. da. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

SILVA, F. C. et al. **Manual de métodos de para avaliação da fertilidade do solo**. Rio de Janeiro RJ: EMBRAPA-CNPS, 1998. 56p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 3).

SILVA, S. B. **Análise de solos para ciências agrárias**. 2. ed. Belém, AM: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2018. 167 p.

SKOOG, D. A; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8^a edição norte-americana. São Paulo, SP: Thomson, 2006. 999 p.

STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 7. Tulsa, OK: StatSoft, 2004.

TEDESCO J. M. et al. **Análise de solo, plantas e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre, RS: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos, 5).

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

VETTORI, L. **Métodos de análise do solo**. Rio de Janeiro, RJ: Ministério da Agricultura, 1969. 34p. (Boletim Técnico n. 7).

ANEXOS

ANEXO A – COMPARAÇÃO DE METODOLOGIAS

QUADRO 1. Quadro comparativo entre a metodologia para análise de fósforo (P) no solo descrita por Teixeira et al.(2017) e a proposta a partir dos resultados deste estudo.

· Procedimento para extração		Observação
Teixeira et al.(2017)	Proposta	
✓ Pesar 10 g de solo (TFSA) e colocar em Erlenmeyer de 125 mL.	· Medir 5 mL de solo (TFSA) e colocar em Erlenmeyer de 125 mL	· Homogeneizar previamente a amostra. · Caso deseje determinar apenas o P, utilizar 2,5 mL
✓ Adicionar 100 mL de solução extratora Mehlich-1 ($\text{HCl } 0,05 \text{ mol L}^{-1}$ e $\text{H}_2\text{SO}_4 \, 0,0125 \text{ mol L}^{-1}$)	· Adicionar 50 mL de solução extratora Mehlich- 1 ($\text{HCl } 0,05 \text{ mol L}^{-1}$ e $\text{H}_2\text{SO}_4 \, 0,0125 \text{ mol L}^{-1}$)	· Usar pipeta volumétrica. · Caso deseje determinar apenas o P, utilizar 25 mL
✓ Agitar durante 5 minutos em agitador circular horizontal.	· Agitar durante 5 minutos em mesa agitadora orbital a 180 opm.	· Certificar-se de que os Erlenmeyers estão bem fixos nas garrafas da mesa agitadora.
✓ Deixar decantar durante uma noite.	· Deixar decantar durante uma noite (cerca de 16 horas)	· Retirar da mesa agitadora e colocar sobre a bancada onde será pipetada a alíquota para análise.
✓ Pipetar, sem filtrar, 25 mL do extrato e passar para recipiente plástico.	· Pipetar, sem filtrar, 25 mL do extrato e passar para recipiente plástico.	· Sugerimos utilizar tubos de centrífuga de 50 mL · Caso deseje determinar apenas o P, pipetar 10 mL
2. Preparo do extrato de solo para a leitura		
✓ Pipetar 5,00 mL desse extrato e colocar em Erlenmeyer de 125 mL	· Pipetar 2,5 mL do extrato e colocar em tubo de vidro com tampa rosqueada	· Opcionalmente, usar tubo de centrífuga de 15 mL · Caso o extrato contenha partículas sólidas em suspensão, será necessário filtrá-lo.
✓ Adicionar 10 mL de solução ácida de molibdato de amônio diluída e aproximadamente 30 mg de ácido ascórbico em pó, como redutor.	· Adicionar 5 mL de solução ácida de molibdato de amônio diluída e cerca de 15 mg de ácido ascórbico P.A. em pó.	· A solução ácida de molibdato de amônio diluída poderá ser medida com auxílio de pipetador manual. · O ácido ascórbico poderá ser medido em dosador (cachimbo) ajustado para 15 mg
✓ Agitar de 1 a 2 minutos em agitador circular horizontal.	· Agitar para dissolver o ácido ascórbico em agitador para tubos.	· Opcionalmente, fazer agitação manual, por cerca de 15 segundos ou até não restar mais cristais de ácido ascórbico no fundo do recipiente.

Nota sobre os cálculos da concentração de P no solo

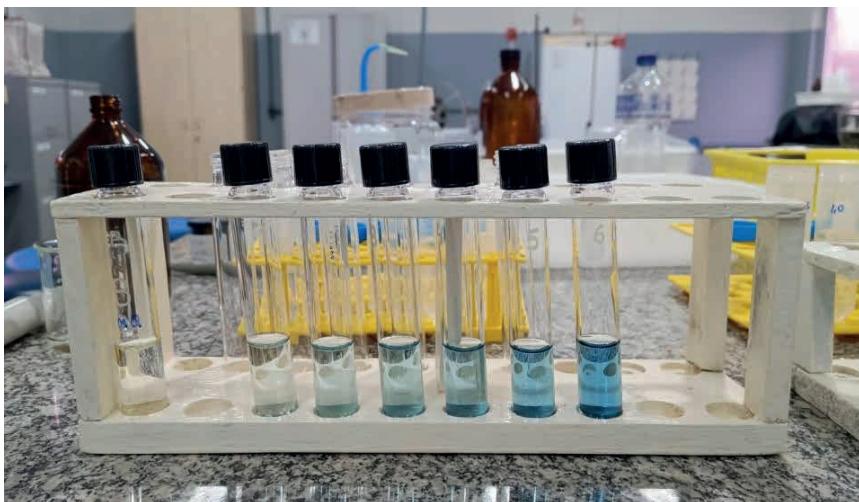
3. Obtenção da curva de calibração		
✓ Preparar soluções padrão de fósforo (diluídas) – 1,0 mg L ⁻¹ ; 2,0 mg L ⁻¹ ; 3,0 mg L ⁻¹ e 4,0 mg L ⁻¹ de P.	<ul style="list-style-type: none"> Preparar soluções padrão de fósforo contendo: 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mg L⁻¹ 	<ul style="list-style-type: none"> No caso de solos com teores de P de médio a alto, usar a curva de calibração de 1 a 4 mg L⁻¹
✓ Usar também a solução extratora pura para obter a concentração de 0,0 mg L ⁻¹ de P.	<ul style="list-style-type: none"> Obter a solução do branco do reagente (0,0 mg L⁻¹ de P) pipetando 2,5 mL da solução extratora (Mehlich-1) + 5,0 de molibdato de amônia + 15 mg de ácido ascórbico em pó. 	<ul style="list-style-type: none"> O branco deve conter os mesmos reagentes utilizados no preparo das amostras para leitura.
✓ Colocar, em Erlenmeyer de 125 mL, 5,00 mL de cada solução padrão diluída.	<ul style="list-style-type: none"> Pipetar 2,5 mL de cada padrão de P e colocar em tubo de vidro com tampa rosqueada. 	<ul style="list-style-type: none"> Utilizar pitador manual com ponteira substituível.
✓ Adicionar 10 mL da solução ácida de molibdato de amônio diluída e uma “pitada” (aproximadamente 30 mg) de ácido ascórbico.	<ul style="list-style-type: none"> Adicionar 5 mL de solução ácida de molibdato de amônio diluída e cerca de 15 mg de ácido ascórbico P.A. em pó. 	<ul style="list-style-type: none"> Utilizar pitador manual com ponteira substituível e dosador calibrado para 15 mg
✓ Proceder da mesma forma indicada para a determinação do fósforo no extrato de solo; anotar as leituras (em absorvância) correspondentes a cada padrão.	<ul style="list-style-type: none"> Agitar para dissolver o ácido ascórbico em agitador para tubos. Deixar desenvolver a cor durante 30 min após a adição do ácido ascórbico. Ajustar o espectrofotômetro para o ponto zero de absorvância com a solução do branco do reagente. Fazer a leitura da absorvância ou concentração em espectrofotômetro-UV-Vis, ajustando o comprimento de onda para 660 nm. 	<ul style="list-style-type: none"> Opcionalmente, agitar manualmente até dissolver os cristais de ácido ascórbico.
✓ Traçar o gráfico concentração vs absorvância, cruzando-se os valores de concentração de fósforo dos padrões (mg L ⁻¹ de P) no eixo das abscissas, e as respectivas leituras, em absorvância, no eixo das ordenadas.	<ul style="list-style-type: none"> Construir a curva de calibração em planilha eletrônica, estabelecendo o ponto 0,0 do plano cartesiano como intercepto ($b = 0$). 	<ul style="list-style-type: none"> A reta passa pela origem do plano cartesiano.
4. Quantificação do P nas amostras		
✓ Deixar desenvolver a cor durante 1 hora.	<ul style="list-style-type: none"> Deixar desenvolver a cor durante 30 min após a adição do ácido ascórbico. 	<ul style="list-style-type: none"> Deixar as misturas em repouso.
✓ Em seguida, fazer a leitura da densidade ótica no espectrofotômetro-UV-Vis, usando filtro vermelho (comprimento de onda de 660 nm).	<ul style="list-style-type: none"> Fazer a leitura da absorvância ou concentração em espectrofotômetro-UV-Vis, ajustando o comprimento de onda para 660 nm. 	<ul style="list-style-type: none"> As leituras devem ser efetuadas no intervalo entre 30 e 60 min após acrescentar o ácido ascórbico.

<p>✓ No caso de a amostra possuir elevada concentração de fósforo, deve ser feita a diluição do extrato antes da adição da solução ácida de molibdato de amônio, até que seja possível a leitura no aparelho.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Caso a leitura da amostra esteja acima do limite máximo da curva de calibração, fazer a diluição do extrato até que seja possível a leitura dentro do intervalo da curva. 	<ul style="list-style-type: none"> A diluição deverá ser feita adicionando ao extrato porções medidas da solução extratora e repetindo o item 2.
<p>✓ Sempre lavar o pipetador entre uma amostra e outra.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Usar ponteiras substituíveis para pipetar as alíquotas da mistura ou transferir a solução, com cuidado, do tubo para a cubeta. 	<ul style="list-style-type: none"> Usando cubetas de 3,5 mL (caminho ótico de 1 cm), o volume de 7,5 mL é suficiente para ambientar a cubeta e depois enché-la com a solução para leitura.
5. Cálculo da concentração de P no solo		
<p>✓ $P = (L - b) \cdot d \cdot 10/a$</p> <p>Em que:</p> <p>P – concentração de fósforo disponível no solo, em mg kg⁻¹.</p> <p>L – leitura da amostra, em absorbância.</p> <p>a – coeficiente angular da reta dos padrões (intercepto).</p> <p>b – coeficiente linear da reta dos padrões.</p> <p>d – fator de diluição do extrato de Mehlich-1, quando uma diluição for necessária durante a quantificação;</p> <p>Valor 10 – fator que leva em consideração a relação de diluição solo : extrator (5 mL de solo : 50 mL do extrator).</p>	<p>$P = L \cdot d \cdot 10/a$</p> <p>onde :</p> <p>P – concentração de fósforo disponível no solo, em mg dm⁻³;</p> <p>L – leitura da absorbância (A); a – coeficiente angular da reta dos padrões;</p> <p>d – fator de diluição do extrato de Mehlich-1, quando uma diluição for necessária durante a quantificação;</p> <p>Valor 10 – fator que leva em consideração a relação de diluição solo : extrator (5 mL de solo : 50 mL do extrator).</p>	<ul style="list-style-type: none"> Desaconselhamos o uso do coeficiente linear (b) no cálculo do teor de P no solo, obtendo a fórmula simplificada a partir da equação: $y = ax$ No caso de a extração ser realizada com a mistura de 2,5 mL de solo : 25 mL do extrator o fator de diluição permanecerá sendo o mesmo (10).

Autor: Francisco Fadigas

ANEXO B - REGISTRO FOTOGRÁFICO DE ALGUMAS ETAPAS DA ANÁLISE DE P DO SOLO

Fotografia 1. Curva de calibração obtida com metade da quantidade dos reagentes (MQ) e concentrações de P iguais a 0; 0,5; 1,0, 1,5 e 2,0 m gL⁻¹



Autor: Francisco Fadigas

Fotografia 2. Resíduo de reagentes gerado no final da leitura da absorbância ao utilizar metade da quantidade de reagentes – MQ (2a) e a quantidade total de reagentes – QT (2b)



Autor: Francisco Fadigas

Fotografia 3. Materiais e reagentes utilizados na preparação das soluções para leitura da absorvância em espectrofotômetro



Autor: Francisco Fadigas

Fotografia 4. Extrato de solo após agitação contendo a esfera de vidro (4a) e sem a presença da esfera (4b)



Autor: Francisco Fadigas

SOBRE OS AUTORES

FRANCISCO DE SOUZA FADIGAS: Possui graduação em Agronomia pela Universidade Federal da Bahia, mestrado em Ciências Agrárias pela Universidade Federal da Bahia e doutorado em Agronomia (Ciência do Solo) pela Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Atualmente é Professor Titular do Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas da Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (CETEC-UFRB). Tem experiência com estudos na área de Agronomia, com ênfase em manejo de resíduos, poluição ambiental, metais pesados no solo e análise de solos.

SANDRA MARIA CONCEIÇÃO PINHEIRO: Professora do Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (CETEC-UFRB). Possui graduação e mestrado em Estatística, doutorado em Engenharia Industrial e pós-doutorado com ênfase em Hidrologia Estatística. É docente permanente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Computação (PPGEEC) da UFRB. Suas principais linhas de pesquisa incluem ciência de dados, análise de sobrevivência, modelos de regressão e suas aplicações, bioestatística, estatística aplicada à educação e hidrologia estatística.

MARIA AMELIA DE PINHO BARBOSA HOHLENWERGER: Doutora em Matemática na área de Teoria de Singularidades pela Universidade de São Paulo, Mestra em Matemática na área de Geometria Diferencial pela Universidade Federal da Bahia e Bacharela em Matemática pela Universidade Federal da Bahia. Atualmente é Professora Associada da Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB) e exerce o cargo de Diretora do Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas (CETEC-UFRB). Tem desenvolvido estudos nos temas: Geometria e Topologia de Singularidades reais, Fibração de Milnor real, NS-par.

OLDAIR VINHAS COSTA: Possui graduação em Agronomia pela Universidade Federal da Bahia, Mestrado e Doutorado em Agronomia (Solos e Nutrição de Plantas) pela Universidade Federal de Viçosa. Atualmente é Professor Associado na Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (UFRB). Tem experiência na área de Agronomia, com ênfase em Ciência do Solo, atuando principalmente nos seguintes temas: Gênese, morfologia e classificação de solos e uso da terra.

MEHLICH-1 REVISADO

- 
- 🌐 www.atenaeditora.com.br
 - ✉️ contato@atenaeditora.com.br
 - 📷 [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
 - ⬇️ www.facebook.com/atenaeditora.com.br

MEHLICH-1 REVISADO

- 
- 🌐 www.atenaeditora.com.br
 - ✉️ contato@atenaeditora.com.br
 - 📷 [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
 - ⬇️ www.facebook.com/atenaeditora.com.br