

Uso de energia ultrassônica na extração de P-disponível

Barbara Rodrigues Junqueira⁽¹⁾; Bruno Teixeira Ribeiro⁽²⁾

⁽¹⁾ Estudante; Universidade Federal de Uberlândia; Uberlândia, MG; barbararodrigues@hotmail.com,⁽²⁾ Professor; Universidade Federal de Uberlândia; Uberlândia, MG; btribeiro@iciag.ufu.br

RESUMO: A quantificação da disponibilidade de um nutriente no solo às plantas é essencial para o correto manejo da fertilidade do solo. O uso da energia ultrassônica pode otimizar a extração reduzindo o tempo da análise e, ainda, permitir um melhor entendimento da energia de ligação de um nutriente às partículas do solo. Objetivou-se com este trabalho avaliar a extração de P em solução Mehlich-1 assistida por ultrassom, combinando dois valores de potência e diferentes tempos de sonificação. Amostras de terra fina seca ao ar (10 g) de um Latossolo Vermelho Acriférico foram sonificadas em solução Mehlich-1 (100 mL) durante 15, 30, 60, 120 e 240 s, a uma potência de 30 W e 70 W. Após cada sonificação, as amostras foram centrifugadas e determinado o P no sobrenadante por colorimetria. Para efeito de comparação realizou-se a extração de P em solução Mehlich-1 fazendo-se uso da forma de agitação convencional: 10 g de TFSA (terra fina seca ao ar) + 100 mL de solução Mehlich-1, agitação em erlenmeyer de 125 mL por cinco minutos seguido de descanso por 16 horas. O uso de energia ultrassônica é bastante eficiente na extração de P em solução Mehlich-1, podendo reduzir substancialmente o tempo da análise. Fazendo-se uso da energia ultrassônica, curvas de extração de P em função da energia aplicada são obtidas, podendo fornecer informações sobre a energia de ligação do P no solo. O fator potência aplicada é mais importante na extração de P do que a quantidade de energia total aplicada na suspensão.

Termos de indexação: extratores, Mehlich-1, fertilidade do solo

INTRODUÇÃO

A energia ultrassônica tem sido utilizada na Ciência do Solo, principalmente, na dispersão de amostras de solos para fins de análises granulométricas e mineralógicas (Vitorino et al., 2003), no fracionamento físico do solo para estudos da matéria orgânica (Roscoe et al., 2000), na análise de estabilidade de agregados (Raine & So, 1993, 1994; Sá et al., 2002; Ribeiro, et al., 2009) e na extração de elementos (Kazi et al., 2005; Rondano & Pasquali, 2008).

O princípio dessa técnica é o fenômeno da cavitação provocado por ondas na frequência do ultrassom que se propagam no líquido de uma

suspensão solo:água, pela formação de microbolhas de ar que entram em colapso (Martines et al., 2000). A energia resultante do colapso dessas bolhas na superfície das partículas do solo é o responsável em promover a remoção de um elemento ligado ao complexo de troca (Kazi et al., 2005).

A quantificação dos teores de nutrientes em solos, realmente disponíveis às plantas, é crucial para o correto manejo da fertilidade do solo (Silva & Raji, 1999). Para isso, em laboratório, faz-se o uso de diferentes soluções extratoras combinadas a formas e tempos de agitação de uma suspensão solo: solução na tentativa de simular o que a raiz faz no campo (Stefanutti et al., 1994).

Considera-se um bom extrator de um nutriente aquele que melhor correlaciona com a quantidade absorvida pela planta e, também, com o crescimento e produtividade obtida. A eficiência de um determinado extrator está correlacionada com os atributos químicos, físicos e mineralógicos de cada solo e, também, com a planta a ser cultivada. Assim, a utilização de um determinado extrator não possui aceitação universal (Stefanutti et al., 1994; Silva & Raji, 1999; Medeiros et al., 2010).

O extrator Mehlich-1 tem sido comumente utilizado pelos laboratórios de análises de solo no Brasil para extração de P-disponível (Soares et al., 2012), apresentando uma boa correlação com as quantidades aplicadas de P no solo e com a resposta das plantas (Palácio et al., 2000).

A extração de elementos assistida por ultrassom quando combinada a um extrator químico tem mostrado resultados positivos, como a redução do tempo de extração e menor quantidade de solo: solução extratora utilizada (Rondano & Pasquali, 2008).

Objetivou-se com este trabalho avaliar a extração de P em solução Mehlich-1 assistida por ultrassom, combinando dois valores de potência e diferentes tempos de sonificação.

MATERIAL E MÉTODOS

Foi utilizada amostra da camada 0 – 20 cm de um Latossolo Vermelho Acriférico, localizado na região de Uberlândia, MG. A amostra foi seca ao ar e passada em peneira de malha 2 mm, obtendo-se a terra fina seca ao ar (TFSA).

Em béquer (100 mL) foram adicionados 10 g de TFSA e 100 mL de solução Mehlich-1 (0,0125 M

H₂SO₄ + 0,05 M HCl). As amostras foram sonificadas, em triplicata, durante 15, 30, 60, 120 e 240 s em um sonicador Qsonica dotado de uma haste de 19 mm de diâmetro e inserida na suspensão solo:solução a uma profundidade de 2,5 cm. As sonificações foram realizadas com a haste do equipamento fornecendo uma potência de 30 W e 70 W. Baseado na potência emitida pela haste e no tempo de sonificação calculou-se a energia total aplicada à amostra:

$$P = E/t \quad (1)$$

Onde: P é a potência em Watts (W); E é a energia em Joules (J); t é o tempo de sonificação em segundos (s). O valor da energia foi expresso em J mL⁻¹ g⁻¹.

Durante a sonificação, para evitar que a temperatura da suspensão excedesse 40° C, as amostras submetidas aos tempos de 120 e 240 s, para ambas potências aplicadas, foram mantidas em banho de água gelada. Temperaturas acima de 40° C reduzem o fenômeno da cavitação (Roscoe & Machado, 2002).

Após cada sonificação, as amostras foram centrifugadas por 10 minutos a 500 G e recolhido o sobrenadante para determinação do fósforo por colorimetria (Embrapa, 1997).

Para comparação dos resultados realizou-se a extração do P pelo método comumente utilizado pelos laboratórios: 10 g de TFSA + 100 mL de solução Mehlich-1, agitação em erlenmeyer de 125 mL por cinco minutos seguido de descanso por 16 horas (Embrapa, 1997).

Os resultados de P extraído foram plotados em função do nível de energia ultrassônica empregado e as comparações foram realizadas baseado no desvio padrão da média (n=3).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A quantidade de P extraído em solução Mehlich-1, mesmo nos menores níveis de energia ultrassônica, foi superior àquela quando realizado o procedimento padrão de agitação (**Figura 1**). Essa observação demonstra o potencial de uso do ultrassom na extração de P em solos reduzindo o tempo da análise, como também encontrado por Rondano & Pasquali (2008).

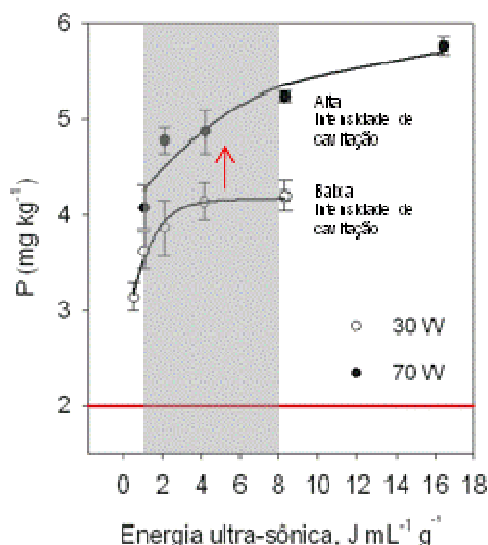


Figura 1 – Curva de extração de P em solução Mehlich-1 (relação solo:solução 10 g:100 mL) da amostra da camada 0-20 cm de um Latossolo Vermelho Acriférico sob efeito de energia ultrassônica. Linha vermelha representa a quantidade de P extraído em solução Mehlich-1 fazendo-se uso do procedimento convencional de agitação (Embrapa, 1997). Barras de erro indicam o desvio padrão da média. Dados ajustados a um modelo exponencial do tipo $y = y_0 + a(1 - e^{-bx})$ ($p < 0,05$; $R^2 > 0,90$).

A extração de P aumentou exponencialmente com o aumento da energia aplicada (J mL⁻¹ g⁻¹), atingindo um patamar (**Figura 1**). Essa observação sugere a ocorrência da extração diferenciada de formas de P (Olibone & Rosolem, 2010), as quais estão presentes na fase sólida do solo em diferentes níveis de energia de ligação. Uma das principais vantagens do uso do ultrassom é a possibilidade de mensuração da energia aplicada (J) (Raine & So, 1993, 1994). Nesse sentido, a quantidade de P extraído em baixos níveis de energia pode estar relacionada às formas de P menos fortemente retidas na fase sólida (e.g., P-lábil, P-orgânico), enquanto o P extraído em níveis maiores de energia ultrassônica estaria relacionado às formas mais fortemente adsorvidas à fase sólida (e.g., P-complexo de esfera interna em óxidos). O comportamento das curvas de extração pode refletir o efeito de diferentes usos e manejo do solo nas formas de P no solo, aqui entendidas como P retido em diferentes níveis de energia. Além disso, pode contribuir para o melhor entendimento da relação entre P realmente “disponível”, absorção pelas raízes e crescimento de plantas.

O alcance de um patamar da curva de extração (Figura 1) pode estar relacionado a dois fatores: i) a existência de formas de P com energia de ligação superior aos níveis máximos empregados; ii) ou a ocorrência da extração total do P do complexo de troca. Nesse último caso, salienta-se que a possibilidade de ruptura dos argilominerais são pouco prováveis, uma vez que a força das ligações estruturais são muito superiores aos níveis de energia empregados (Gregorich et al., 1989).

Os trabalhos que fazem uso de ultrassom normalmente expressam os valores em termos de energia total aplicada ($J mL^{-1}$ ou $J g^{-1}$). Um mesmo valor de energia total aplicada (J) pode ser obtido pela combinação de diferentes valores de potência (Watts) e tempos de sonificação (t) (equação 1).

O valor de energia total aplicada parece não ter sido o mais importante na extração de P do solo. Observa-se que quando a potência do equipamento foi ajustada para 70 W houve uma maior extração de P (Figura 1). Entretanto, a área sombreada no gráfico (Figura 1) representa mesmos valores de energia total aplicados. A aplicação de maior potência em um intervalo de tempo menor extraiu mais P que menor potência em um intervalo de tempo maior, mesmo que os valores de energia total aplicados tenham sido iguais. Quando se aplicou, por exemplo, $2,1 J mL^{-1} g^{-1}$ com o equipamento fornecendo uma potência de 70 W (maior cavitação), foi extraído mais P quando aplicou-se $7,2 J mL^{-1} g^{-1}$ (aproximadamente 3,4 vezes mais energia) com o equipamento fornecendo uma potência de 30 W (menor cavitação) (Figura 2). Essa observação sugere a utilização da unidade Watts em trabalhos de extração de elementos utilizando o ultrassom, informando ainda o tempo de exposição à irradiação ultrassônica, relação solo:solução utilizada, volume de solução utilizado, o tipo de haste, profundidade de inserção na suspensão, tamanho e forma do recipiente utilizado (Raine & So, 1994). Isso permitirá uma comparação fiel entre os resultados. Nesse contexto, salienta-se a importância da calibração periódica da haste baseada em técnicas calorimétricas (Raine & So, 1993, 1994; Sá et al., 2000). Essa necessidade decorre pelo fato de nem sempre a potência nominal fornecida pelo equipamento equivale à potência realmente aplicada à amostra. Além disso, com o tempo de uso ocorre um desgaste da haste reduzindo a potência emitida (Genrich & Bremner, 1972).

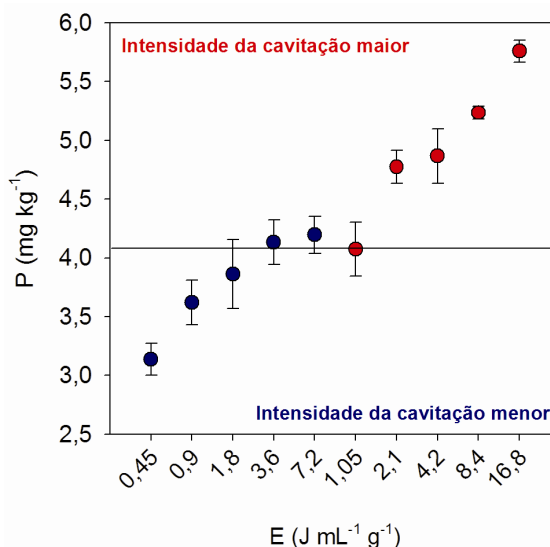


Figura 2 – Comparação da extração de P em solução Mehlich-1 sob efeito de energia ultrassônica em condição de intensidade de cavitação maior (70 W) e intensidade de cavitação menor (30 W). Barras de erro indicam o desvio padrão da média (n=3).

CONCLUSÕES

O uso de energia ultrassônica é bastante eficiente na extração de P em solução Mehlich-1, podendo reduzir substancialmente o tempo da análise.

Fazendo-se uso da energia ultrassônica, curvas da extração de P em função da energia aplicada são obtidas, podendo fornecer informações sobre a energia de ligação do P no solo.

O fator potência aplicada é mais importante na extração de P do que a quantidade de energia total aplicada na suspensão.

AGRADECIMENTOS

À Pró-Reitoria de Graduação (PROGRAD) e Pró-Reitoria de Planejamento e Administração (PROPLAD) da Universidade Federal de Uberlândia (UFU) pela aquisição do sonicador, por meio do Edital "Melhoria do Ensino da Graduação – 2012".

REFERÊNCIAS

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Manual de métodos de análises de solo. 2. ed. Rio de Janeiro: CNPS, 1997. 212 p.



- GENRICH, D. A.; BREMNER, J. M. Effect of probe condition on ultrasonic dispersion of soils by probe-type ultrasonic vibrators. *Soil Science Society of America Proceedings*, 36:975-976, 1972.
- GREGORICH, E. G.; KACHANOSKI, R. G.; VORONEY, R. P. Carbon mineralization in soil size fractions after various amounts of aggregate disruption. *European Journal of Soil Science*, 40:649-659, 1989.
- KAZI, T. G.; JAMALI, M. K.; SIDDIQUI, A.; KAZI, G. H.; ARAIN, M. B. & AFRIDI, H.I. An ultrasonic assisted extraction method to release heavy metals from untreated sewage sludge samples. *Chemosphere*, 63:411-420, 2005.
- MARTINES, M.A.U.; DAVOLOS, M.R.; JAFELICCI JÚNIOR, M. O efeito do ultrassom em reações químicas. *Química Nova*, 23:251-256, 2000.
- MEDEIROS, J.S.; OLIVEIRA, F.H.T.; ARRUDA, J.A.; VIEIRA, M.S.; FONTES, M.P.F. Eficiência de extratores de potássio disponível em solos do estado da Paraíba com graus de desenvolvimento pedogenético diferentes. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 34:183-194, 2010.
- OLIBONE, D.; & ROSOLEM, C.A. Phosphate fertilization and phosphorus forms in an Oxisol under no-till. *Scientia Agricola*, 67:465-471, 2010.
- PALÁCIO, S.M.; LUCHESE, E.B.; LENZI, E. Comparação dos extratores Mehlich-1 e Bray-1 com o coletor a base de óxido de ferro na avaliação do fósforo no solo. *Acta Scientiarum*, 22:1151-1156, 2000.
- RAINE, S. R.; SO, H. B. An energy based parameter for the assessment of aggregate bond energy. *Journal of Soil Science*, 44:249-259, 1993.
- RAINE, S. R.; SO, H. B. Ultrasonic dispersion of soil in water: the effect of suspension properties on energy dissipation and soil dispersion. *Australian Journal of Soil Research*, 32:1157-1174, 1994.
- RIBEIRO, B.T.; LIMA, J.M.; MELLO, C.R.; SÁ, M.A.C.; OLIVEIRA, G.C. Relationship between raindrops and ultrasonic energy on the disruption of a Haplic Cambisol. *Ciência & Agrotecnologia*, 33:814-823, 2009.
- RONDANO, K. & PASQUALI, C. E. L. Ultrasound method for extraction of phosphorus in soil. *Communications in Soil Science and Plant Analyses*, 39:2421-2430, 2008.
- ROSCOE, R.; BUURMAN, P.; VELTHORST, E.J. Disruption of soil aggregates by varied amounts of ultrasonic energy in fractionation of organic matter of a clay Latosol: carbon, nitrogen, and $\delta^{13}\text{C}$ distribution in particle-size fractions. *European Journal of Soil Science*, 51:445-454, 2000.
- ROSCOE, R.; MACHADO, P. L. A. Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002. 86 p.
- SÁ, M. A. C.; LIMA, J. M.; LAGE, G. Procedimento-padrão para medida da potência liberada pelo aparelho de ultrassom. *Ciência e Agrotecnologia*, 24:300-306, 2000.
- SÁ, M. A. C.; LIMA, J. M.; MELLO, C. R. Nível de energia ultrassônica para estudo da estabilidade de agregados de um Latossolo sob diferentes usos. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 37:1649-1655, 2002.
- SILVA, F. C. & RAIJ, B. V. Disponibilidade de fósforo em solos avaliada por diferentes extratores. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 34:267-288, 1999.
- SOARES, R.; ESCALEIRA, V.; CAMPOS, D. V. B.; MONTEIRO, M. I. C.; CARNEIRO, M. C.; SANTELLI, R. E. & BERNARDI, A. C. C. Comparação de métodos convencional e alternativo para a determinação de sódio, potássio e fósforo em extratos de solo obtidos com solução Mehlich-1. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 36:105-112, 2012.
- STEFANUTTI, R.; MURAOKA, T.; MALAVOLTA, E. Comportamento de extratores em solo tratado com fontes diversas de fósforo. *Scientia Agricola*, 51:105-112, 1994.
- VITORINO, A. C. T.; FERREIRA, M. M.; CURTI, N.; LIMA, J. M.; SILVA, M. L. N.; MOTTA, P. E. F. Mineralogia, química e estabilidade de agregados do tamanho silte de solos da região sudeste do Brasil. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 38:133-141, 2003.