



Procedimento de extração para obter as frações húmicas provenientes de materiais orgânicos de origens distintas ⁽¹⁾.

Larissa Brasil de Souza Cavalheiro⁽²⁾; Gabriela Cemirames de Sousa Gurgel⁽³⁾; Maíra de Meireles Dias⁽⁴⁾; Antônio Carlos Mendes Junior⁽⁴⁾; Raony de Oliveira Silva⁽⁴⁾; Everaldo Zonta⁽⁵⁾.

⁽¹⁾ Parte do trabalho de tese da segunda autora.

⁽²⁾ Estudante do curso de graduação em Agronomia; Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro; Seropédica, RJ; larissabr@live.com; ⁽³⁾ Estudante do Curso de Pós-Graduação em Agronomia - Ciência do Solo; Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ; gabriela_cemirames@hotmail.com; ⁽⁴⁾ Estudante do curso de Agronomia; Universidade Federal de Goiás; maira_meirelles@hotmail.com; ⁽⁴⁾ Estudante do curso de graduação em Agronomia; Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro; Seropédica, RJ; juninho-mendes-10@hotmail.com ⁽⁴⁾ Estudante do curso de graduação em Agronomia; Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro; Seropédica, RJ; raonyoliveira@outlook.com.br; ⁽⁵⁾ Professor; Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ; ezonta@ufrj.br. Bolsista do CNPq.

RESUMO: Para um melhor entendimento, o material orgânico é avaliado, separadamente, por meio da extração de suas frações. O objetivo do estudo foi determinar um método de extração simplificado das frações húmicas de duas turfas de origens distintas, para fins de uso em misturas de fertilizantes. A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Estudo das Relações Solo-Planta do Departamento de Solos, Instituto de Agronomia da UFRRJ, Seropédica, RJ. Foram realizadas avaliações de fatores com potencial de interferir no processo de extração das frações húmicas (ácido húmico, ácido fúlvico e humina), quais sejam, concentração da solução alcalina extratora e relação entre a massa de turfa utilizada e o volume da solução (m/v). Foi adotado o delineamento experimental inteiramente casualizado, com doze tratamentos e três repetições, totalizando 36 unidades experimentais. Houve efeito significativo da interação entre a solução de hidróxido de potássio em diferentes concentrações e a massa de turfa utilizada no processo de extração sobre o rendimento das frações húmicas.

Termos de indexação: Turfa; ácido húmico.

INTRODUÇÃO

A matéria orgânica do solo (MOS) é um constituinte básico, sendo fundamental na relação entre propriedades físicas, químicas e biológicas do solo (Pramanik & Kim, 2014).

Santos et al. (2013) citam que a quantificação e proporção dessas frações componentes da matéria orgânica são, atualmente, a base para a maioria dos estudos sobre substâncias húmicas no Brasil, sendo necessário aperfeiçoar a avaliação dos resultados obtidos. No entanto, de acordo com Rosa et al. (2000), a extração das substâncias húmicas é a

primeira etapa a ser observada para esses estudos, tendo em vista que as interpretações dos resultados dependem das condições experimentais empregadas no procedimento de extração.

A compreensão das diversas funções das substâncias húmicas requer o seu detalhamento estrutural (Canellas & Santos, 2005). O fracionamento dos ácidos húmicos, por exemplo, é um passo para compreensão das diversas interações entre compostos, sejam eles orgânicos ou inorgânicos, inferindo sobre o seu comportamento no ambiente (Pramanik & Kim, 2014). Na busca de um melhor entendimento, o material orgânico é avaliado, separadamente, por meio da extração de suas frações. Cunha et al. (2000) relatam que, para um detalhamento das características estruturais e comportamento químico das substâncias húmicas, é preciso separá-las da fração mineral.

O estudo das substâncias húmicas faz uso de várias técnicas, de maneira que, entre alguns trabalhos, no que se refere à extração, há diferenciação nos procedimentos empregados. Benites et al. (2003) apontam a falta de definição na apresentação das metodologias empregadas na extração, fracionamento e quantificação como um dos empecilhos no estudo das substâncias húmicas em solos tropicais. Apesar de existir uma recomendação geral da International Humic Substances Society (IHSS) para extração de SH de solos, não há um método oficialmente adotado (Rosa et al., 2000). Logo, são buscadas adaptações, sem que haja o comprometimento dos resultados, para que essas limitações não se tornem um impedimento para um estudo mais avançado na caracterização das substâncias húmicas.

O método recomendado pela IHSS, por ser bastante trabalhoso, deve ser uma alternativa



quando a pretensão for obter material húmico com elevado grau de pureza, sendo adequado, por exemplo, para os estudos de caracterização (Benites et al., 2003).

O objetivo do estudo foi determinar um método de extração simplificado das frações húmicas (humina, ácido fúlvico e ácido húmico) de duas turfas de origens distintas.

MATERIAL E MÉTODOS

A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Estudo das Relações Solo-Planta do Departamento de Solos, do Instituto de Agronomia da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), Seropédica, RJ. Foram realizadas avaliações de fatores com potencial de interferir no processo de extração das frações húmicas (ácido húmico, ácido fúlvico e humina), quais sejam, concentração da solução alcalina extratora e relação entre a massa de turfa utilizada e o volume da solução (m/v), totalizando doze tratamentos que são apresentados na tabela 1. O tipo de extrator, a granulometria do material e temperatura de extração foram fixados com base em Rosa et al, (2000). Estabeleceram-se duas horas para a extração do material, buscando-se um procedimento de extração simplificado que permitisse verificar o melhor rendimento de cada material em particular.

Tabela 1 - Tratamentos empregados para o procedimento de extração das frações húmicas.

Trat	Turfa	[KOH]* (mol L ⁻¹)	Relação** (m/v)
T1	F1	0,10	01:10
T2	F1	0,10	01:20
T3	F2	0,10	01:10
T4	F2	0,10	01:20
T5	F1	0,50	01:10
T6	F1	0,50	01:20
T7	F2	0,50	01:10
T8	F2	0,50	01:20
T9	F1	1,00	01:10
T10	F1	1,00	01:20
T11	F2	1,00	01:10
T12	F2	1,00	01:20

*Concentração da solução alcalina extratora de hidróxido de potássio (KOH); ** Relação entre a massa de turfa e o volume da solução de KOH empregados no procedimento de extração. F1 e F2 referem-se a duas fontes comerciais.

Foi adotado o delineamento experimental inteiramente casualizado, com doze tratamentos e três repetições, totalizando 36 unidades experimentais, que foram constituídas por tubos de centrífuga com volume de um litro. A turfa foi

preparada para o procedimento a partir de secagem do material a 40°C e passagem em peneira de malha de 60 mesh.

Os valores foram submetidos à análise utilizando o programa R, com a análise de variância realizada por meio do teste F e comparação das médias através do teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

A seguir, a descrição do procedimento utilizados para extração e fracionamento das substâncias húmicas.

1. Pesar 80 g de turfa (para relação m/v 1:10) e 40 g de turfa (para relação m/v 1:20);
2. Dispor em tubo de centrífuga com capacidade para um litro de solução e adicionar 800 ml da solução extratora;
3. Agitar o tubo fechado para homogeneizar a mistura de turfa e solução;
4. Balancear o peso dos tubos, dois a dois;
5. Deixar em repouso por duas horas;
6. Centrigugar por trinta minutos a 5000 rpm;
7. Recolher o sobrenadante (extrato alcalino) em um becker de dois litros e reservar;
8. Adicionar 800 ml da solução extratora ao material que ficou depositado no fundo do tubo após a primeira centrifugação;
9. Solubilizar com auxílio de um bastão de vidro e agitar o tubo para homogeneizar;
10. Repetir os passos 4 e 5 e 6;
11. Recolher o sobrenadante junto ao extrato alcalino reservado no passo 7;
12. Recolher o material que ficou depositado no fundo do tubo e por para secar em estufa a 40°C (massa da humina);
13. Ajustar o pH do extrato alcalino para 0,9 com ácido sulfúrico;
14. Deixar em repouso por uma noite (aproximadamente 16 horas);
15. Succionar o sobrenadante e por para secar (massa de ácido fúlvico);
16. Recolher o precipitado e por para secar (massa de ácido húmico).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O rendimento médio das frações humina (HUM), ácido fúlvico (AF) e ácido húmico (AH) obtido a partir extração com solução de hidróxido de potássio (KOH) em diferentes concentrações combinadas com as diferentes relações entre a massa de turfa - F1 e volume da solução extratora (m/v) estão apresentados na **Tabela 2**.

Foi verificada significância para as diferentes concentrações da solução extratora, sendo obtida a menor massa de humina com a utilização da menor concentração (0,1M). As demais concentrações não



diferiram estatisticamente entre si. Não houve efeito significativo para as relações, assim como para interação entre os fatores.

No que se refere ao rendimento da fração ácido fúlvico, houve efeito significativo para a interação entre os fatores. A maior massa de ácido fúlvico foi conseguida a partir da extração com solução de KOH 1,0M, para as duas relações m/v empregadas.

Para a fração ácido húmico, foi identificada significância para as diferentes concentrações e relações, mas não houve significância para a interação entre os fatores. Em média, o maior rendimento foi alcançado com o emprego da solução de KOH 0,1M, que foi estatisticamente superior às demais, sendo seguida pelas soluções 0,5 e 1,0M respectivamente. Para essa concentração, não houve significância para a relação m/v.

A **Tabela 3** traz o rendimento médio das frações humina (HUM), ácido fúlvico (AF) e ácido húmico (AH) obtido a partir extração com solução de hidróxido de potássio (KOH) em diferentes concentrações combinadas com as diferentes relações entre a massa de turfa - F2 e volume da solução extratora (m/v).

Foi verificado efeito significativo da interação entre os fatores estudados sobre os rendimentos médios das frações húmicas obtidas a partir da turfa. O rendimento médio da massa de humina obtido com a utilização da solução de 0,1M foi estatisticamente inferior aos obtidos com as demais soluções, que, por sua vez, não diferiram estatisticamente entre si. De maneira geral, esse rendimento foi estatisticamente superior com a utilização de maior massa de turfa no processo de extração, o que corresponde a relação m/v de 1:10.

Já para a fração ácido fúlvico, os maiores rendimentos médios foram alcançados com o emprego da solução de maior concentração (1,0M), diferindo estatisticamente entre as relações somente na maior concentração de solução, onde a relação de 1:10 proporcionou um maior rendimento médio.

No que diz respeito à fração ácido húmico, pode ser observado que o maior rendimento médio dessa fração foi obtido com a extração a partir da solução de 0,1M, que foi estatisticamente superior aos demais rendimentos que utilizaram as soluções com concentrações de 0,5 e 1,0M. De forma geral, o emprego da relação m/v de 1:20 foi estatisticamente superior, o que indica a sua utilização para a turfa em questão.

A avaliação dos resultados foi feita com foco na obtenção da fração ácido húmico, de maneira que poderá ser adotado o mesmo procedimento na extração das frações para os dois materiais. A

concentração a ser utilizada será de 0,1M, o que representa uma vantagem tanto pela economia de reagentes quanto do ponto de vista da adição de potássio ao material final, assim como a relação m/v 1:20 escolhida permitiu utilizar menor quantidade do material (turfa).

Clapp et al., (1993) citados por Rosa et al. (2000), descrevem o processo de extração alcalina como a expansão e repulsão das cargas da macromolécula húmica resultante da ionização dos grupos ácidos, com conseqüente passagem da substância húmica da fase sólida para a líquida.

Avaliando a matéria orgânica de três solos distintos, Cerri & Volkoff (1988) registraram que 50% do húmus era constituído de ácidos húmicos e fúlvicos extraíveis por reagentes alcalinos.

CONCLUSÕES

O procedimento final foi determinado em função do rendimento de ácido húmico, principal fração de interesse a ser obtida no processo.

Para a F1 de turfa, é recomendada a utilização da solução de KOH 0,1M combinada com a relação m/v 1:10, enquanto que para a F2 recomenda-se o emprego da relação 1:20 na mesma concentração.

REFERÊNCIAS

BENITES, V. M.; MADARI, B.; MACHADO, P. L. O. A. Extração e fracionamento quantitativo de substâncias húmicas do solo: um procedimento simplificado de baixo custo. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2003. 7p. (Embrapa Solos. Comunicado técnico).

CANELLAS, L. P.; SANTOS, G. A. Humosfera: Tratado preliminar sobre a química das substâncias húmicas. Campo dos Goytacazes, 2005.

CERRI, C. C. & VOLKOFF, B. Matéria orgânica de três solos dos campos inundáveis da ilha de Marajó (PA). Revista Brasileira de Ciência do Solo. v. 12, p. 93-100, 1988.

CUNHA, T. J. F.; MENEGUELLI, N. A.; CONCEIÇÃO, M.; MACHADO, P. L. O. A.; FREIXO, A. A. Avaliação de extratores de substâncias húmicas de um latossolo vermelho distroférrico. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2000. 23p. (Embrapa Solos. Boletim de Pesquisa).

ROSA, A. H.; ROCHA, J. C.; FURLAN, M. Substâncias húmicas de turfa: estudos dos parâmetros que influenciam no processo de extração alcalina. Química Nova, v. 23, n. 4, p. 472-476, 2000.

SANTOS, L. L.; LACERDA, J. J. J.; ZINN, Y. L. Partição de substâncias húmicas em solos brasileiros. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 37, p. 955-968, 2013.

Tabela 2 – Rendimento médio das frações Humina (HUM), Ácido Fúlvico (AF) e Ácido Húmico (AH) obtidas de turfa (F1) a partir da extração utilizando solução alcalina de Hidróxido de Potássio (KOH).

----- Rendimento (g) -----

Fração	Relação m/v	Concentração de solução extratora de KOH (mol L ⁻¹)			CV (%)
		0,10	0,50	1,00	
Humina (HUM)	01:10	59,19 Ab	63,03 Aa	65,55 Aa	2,63
	01:20	58,01 Ab	61,50 Aa	64,81 Aa	
Ácido Fúlvico (AF)	01:10	3,17 Aa	6,71 Ab	14,52 Ac	2,07
	01:20	3,01 Aa	6,62 Ab	9,66 Bc	
Ácido Húmico (AH)	01:10	37,64 Aa	30,26 Ab	19,93 Bc	5,53
	01:20	38,98 Aa	31,88 Ab	25,53 Ac	

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna e minúscula na linha não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade. *F1 e F2: Produtos comerciais de origens distintas.

Tabela 3 – Rendimento médio das frações Humina (HUM), Ácido Fúlvico (AF) e Ácido Húmico (AH) obtidas de turfa (F2) a partir da extração utilizando solução alcalina de Hidróxido de Potássio (KOH).

----- Rendimento (g) -----

Fração	Relação m/v	Concentração de solução extratora de KOH (mol L ⁻¹)			CV (%)
		0,10	0,50	1,00	
Humina (HUM)	01:10	57,94 Ab	64,34 Aa	64,95 Aa	2,67
	01:20	54,18 Bb	62,73 Aa	61,84 Ba	
Ácido Fúlvico (AF)	01:10	3,29 Ac	6,94 Ab	12,83 Aa	13,06
	01:20	3,36 Ab	6,59 Aa	8,50 Ba	
Ácido Húmico (AH)	01:10	38,77 Ba	28,73 Ab	22,22 Bc	4,63
	01:20	42,46 Aa	30,67 Ab	29,66 Ab	

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna e minúscula na linha não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade. *F1 e F2: Produtos comerciais de origens distintas.