



Preparo de amostras de solo pode alterar os teores de carbono e nitrogênio?¹

Kassiano Felipe Rocha⁽²⁾; Marco André Grohskopf⁽²⁾; José Carlos Coelho⁽²⁾; Marcos Vinicius Mansano Sarto⁽²⁾; Igor Vilela Cruz⁽²⁾; Roberto Lyra Villas Bôas⁽³⁾;

⁽¹⁾ Trabalho executado com recursos do Departamento de Solos e Recursos Ambientais da Universidade Estadual Paulista "Júlio Mesquita Filho", Faculdade de Ciências Agrônômicas (UNESP/FCA). ⁽²⁾ Estudante de Pós-Graduação em Agronomia (Agricultura); Universidade Estadual Paulista "Júlio Mesquita Filho", Faculdade de Ciências Agrônômicas (UNESP/FCA); Rua José Barbosa de Barros, nº 1780, CEP: 18160-307 - Botucatu, SP; bolsista CAPES; E-mail: kassiano_sh@hotmail.com; marcogrohskopf@gmail.com; jccoelho@fca.unesp.br; marco_sarto@hotmail.com; igor_cruz@hotmail.com. ⁽³⁾ Professor da UNESP/FCA; departamento de Solos e Recursos Ambientais; E-mail: rlvboas@fca.unesp.br.

RESUMO: O método de preparo do solo em laboratório pode influenciar na quantificação dos teores de carbono (C) e nitrogênio (N). O objetivo do trabalho foi avaliar os teores de C total, N total e N mineral em amostras de um Nitossolo Vermelho distroférico em quatro níveis de umidade submetidas à secagem a 40 e 60 °C e sem secagem. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, nos níveis de umidade no solo de 10, 15, 20 e 25 % com secagem em estufa na temperatura de 40 e 60 °C e sem secagem. Determinou-se o teor de N-mineral na forma de N-NH_4^+ e N-NO_3^- por extração com cloreto de potássio seguido de destilação e titulação, o N total pelos métodos de digestão ácida e destilação em sistema micro-Kjeldahl e pela combustão direta em analisador elementar; e o carbono total (CT) determinado pelo método de digestão com ácido sulfúrico concentrado e oxidação por dicromato de potássio, seguido por leitura colorimétrica e pelo método direto da combustão da amostra em analisador elementar. Os níveis de umidade do solo não alteraram os teores de C total, N total e N mineral, nitrato (N-NO_3^-) e amônio (N-NH_4^+), nas amostras de solo. Secagem de amostras a 60 °C aumenta o teor de N-NH_4^+ e a 40 °C diminui o teor de N-NO_3^- de amostras de solo. O método de análise do carbono total mostrou diferenças na quantificação do teor nas amostras de solo.

Termos de indexação: Análise de solo, atividade microbiana, armazenamento de amostra.

INTRODUÇÃO

O preparo de amostras de solo para análise pode alterar o teor de carbono (C) e nitrogênio (N). Muitas vezes não é possível analisar todas as amostras imediatamente após a coleta, o que é recomendado nos manuais de metodologias de análise. Sendo assim, faz-se necessário armazenar as amostras

por determinado período para posterior análise. Mattos Junior et al. (1995) afirmam ser seguro o acondicionamento de amostras para determinação de N-mineral em freezer com temperatura de -15 °C por até um ano.

Alguns protocolos de análise orientam imediata secagem das amostras para posterior análise. Em contrapartida outros protocolos indicam armazenar as amostras em baixa temperatura, com a finalidade de manter mais próximo de nula a atividade microbiana que é principal fator de alteração das espécies de C e N na amostra. Bates (1993) relata que a secagem de amostras altera o teor de N nas amostras. Porém, poucos trabalhos relatam e quantificam o efeito de cada um desses processos de preparo de amostras de solo quanto a perdas e alterações nos teores de C e N, além da relação entre as espécies de cada elemento.

Quando o preparo é realizado secando-se a amostra, a temperatura é fator determinante para a preservação da amostra. Ela determina o tempo em que a amostra estará completamente seca e isso atua diretamente sobre a atividade microbiana devido ao teor de umidade permanecer por um tempo maior ou menor na amostra.

Outro fator que determina o tempo de secagem completa da amostra é o teor de umidade. Neste caso quanto maior for o teor de umidade no solo mais tempo a amostra ficará exposta à temperatura e umidade, o que prolonga a atividade microbiana e as reações químicas no solo, uma vez que é necessário a presença de água para que ocorram, podendo alterar os teores de C e N.

Desta forma, o objetivo do trabalho foi avaliar os teores de C total, N total e N mineral, nitrato (N-NO_3^-) e amônio (N-NH_4^+), em amostras de um Nitossolo Vermelho distroférico em diferentes níveis de umidade submetidas à secagem e sem secagem (in natura).

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido no laboratório do



Departamento de Solos e Recursos Ambientais da Faculdade de Ciências Agrônômicas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Botucatu, SP. O solo utilizado foi um Nitossolo Vermelho Distroférrico, coletado na camada de 0 a 20 cm de uma área de cultivo sob sistema de semeadura direta. As características do solo são: pH de 5,7 em CaCl_2 ; 29 g dm^{-3} de MO; $1,2 \text{ g cm}^{-3}$ de densidade; $94 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ de CTC; 77% de saturação por bases; e 580, 147 e 273 g kg^{-1} de argila, areia e silte, respectivamente.

O delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado em esquema fatorial 4×3 com quatro repetições. No momento da coleta, agosto de 2014, o solo apresentou umidade natural de 10 %. Fixou-se os níveis de umidade de 10, 15, 20 e 25 %. Para atingir os níveis de umidade desejados utilizou-se água destilada. Após, o solo foi deixado em repouso por quatro horas em recipientes hermeticamente fechados em temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Em seguida, quatro repetições de cada amostra foram congeladas a $-15 \text{ }^\circ\text{C}$ para manter as características de umidade, cessar a atividade microbiana e as reações químicas que pudessem ocorrer até o momento da análise (MATTOS JUNIOR et al., 1995), para o tratamento sem secagem. As amostras com tratamento de secagem seguiram para estufa com circulação de ar forçado, sendo submetidas à temperatura de 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$ por 48 horas. Após secas, as amostras foram moídas e peneiradas em malha 2,0 mm antes das quantificações químicas. Neste momento, as amostras do tratamento sem secagem foram descongeladas em temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ para as análises. Nas amostras sem secagem foi considerado o teor de umidade da amostra na pesagem, fazendo-se a correção para que apresentasse a mesma massa de solo que os demais tratamentos.

Determinou-se o teor de nitrogênio mineral de cada amostra quantificando os teores de N nas formas de nitrato (N-NO_3^-) e amônio (N-NH_4^+). O método utilizado foi o de extração com solução de KCl 1,0 M, dupla destilação e posterior titulação em solução indicadora de ácido bórico, conforme método descrito por Keeney & Nelson (1982).

O teor de nitrogênio total (NT) no solo foi quantificado por dois métodos. Utilizou-se o método de digestão ácida, com ácido sulfúrico concentrado e mistura catalizadora, destilação e titulação conforme metodologia descrita por Bremner (1965). O outro método utilizado foi o de combustão através de Analisador Elementar CNHS/O marca Perkin Elmer modelo 2400 série II, utilizado também para

quantificar o teor de carbono total (CT) (Swift, 1996). Além do método direto, o CT também foi quantificado pelo método de digestão com ácido sulfúrico concentrado e oxidação por dicromato de potássio, seguido por leitura colorimétrica, pelo método indireto de determinação descrito por Walkley & Black (1934).

Os resultados foram submetidos à análise de homogeneidade da variância e da normalidade e, quando necessário foram transformados. Após os dados foram submetidos à análise de variância pelo teste F a 5 %. Apresentando significância as médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade de erro. As análises foram realizadas com auxílio do programa SAS 9.2 (SAS Institute, Cary, NC, EUA).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O teor de CT pelo método direto de quantificação aumentou com o processo de secagem das amostras de solo em 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$ em relação as amostras sem secagem, sendo que entre as temperaturas de secagem não houve diferença (Tabela 1). Já no método indireto os maiores teores de CT foram observados nas amostras sem secagem, sendo o maior teor no solo com umidade de 25 %.

Tanto no método direto quanto no método indireto não apresentou efeito da umidade nos teores de CT nos processos de secagem a 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Esses resultados evidenciam que para a quantificação do CT não há influência da temperatura e umidade. Entretanto, pode-se observar que no método direto os teores de CT são maiores para as umidades nas temperaturas de secagem 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$, o que não ocorre nas amostras sem secagem.

A secagem das amostras a 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$ promoveu decréscimo no teor de NT das amostras com 20 ou 25 % de umidade quando analisadas pelo método direto (Tabela 2). A secagem das amostras de solo a 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$ não alterou o teor de NT nas diferentes umidades, houve apenas alteração no processo sem secagem da amostra de solo com o maior teor na umidade de 25 %.

No método da digestão não há diferença no teor de NT entre os processos sem secagem, secagem a 40 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$ das amostras de solo (Tabela 2). Ocorre apenas diferenças no procedimento sem secagem para os níveis de umidade, sendo os maiores teores de NT nas umidades de 10 e 15 %.

No método de determinação do NT por digestão nas amostras sem secagem, o teor de NT diminui



com o aumento da umidade, ao contrario do que ocorre no método direto por combustão que aumenta o teor de NT com o aumento da umidade (Tabela 2). Entre os métodos de quantificação por digestão e combustão não há diferença nos teores de NT nas amostras de solo submetidas ao processo de secagem a 40 e 60 °C nas diferentes umidades (Tabela 2). Entretanto, de forma geral pode-se perceber que na amostra sem o processo de secagem os maiores teores de NT são demonstrados no método de combustão em relação a digestão.

Na quantificação do nitrogênio mineral na forma de amônio ($N-NH_4^+$) houve influencia do processo de secagem das amostras nos teores de $N-NH_4^+$ no solo (Tabela 3). Em relação aos teores de $N-NH_4^+$ no processo sem secagem, a secagem a 60 °C aumentou os teores de $N-NH_4^+$ até a umidade de 25 %. Já, na secagem a 40 °C os teores de $N-NH_4^+$ diminuem em relação a amostra sem secagem e com o aumento da umidade. Isso indica que a temperatura mais elevada promove maior atividade microbiana e produção de $N-NH_4^+$ em relação ao tempo exposta a 40 °C. James & Wells (1990) afirmam que elevadas temperaturas podem alterar a solubilidade dos nutrientes e das frações orgânicas do solo, subestimando ou superestimando os reais teores.

Os teores de nitrato ($N-NO_3^-$) diminuem no processo de secagem a 40 °C em relação a amostra sem secagem (Tabela 3). A secagem do solo a 60 °C não interferiu nos teores de $N-NO_3^-$ em relação ao processo sem secagem, demonstrando uma maior eficiência desta temperatura em relação a secagem a 40 °C. Esses resultados corroboram com os encontrados por Mattos Junior et al. (1995) que pouca alteração ocorre com o teor de $N-NO_3^-$ em amostras de solo quando secas, já o teor de $N-NH_4^+$ varia quando a amostra é submetida ao processo de secagem.

Na secagem a 60 °C pode-se verificar um aumento dos teores de $N-NH_4^+$ com o aumento da umidade até 25 % (Tabela 3). Numa série de transformações que ocorre com o N no solo, o $N-NO_3^-$ é ponto final. Entretanto, antes de ser convertido a $N-NO_3^-$ o N passa pela forma de $N-NH_4^+$, como a 60 °C a remoção da água ocorre mais rapidamente, as reações químicas e biológicas que podem ocorrer no processo de secagem se restringem as alterações que podem ter ocorrido apenas no inicio do processo de secagem. À medida que a temperatura vai subindo a atividade dos microrganismos vai diminuindo e a menor persistência da água no solo, pode não ser

suficiente para ocorra o processo de nitrificação nas amostras, aumentando, portanto, o teor de $N-NH_4^+$ quando a amostra é seca a 60 °C em relação 40 °C.

CONCLUSÕES

Os níveis de umidade do solo não alteraram os teores de C total, N total e N mineral, nitrato ($N-NO_3^-$) e amônio ($N-NH_4^+$), nas amostras de solo.

Secagem de amostras a 60 °C aumenta o teor de $N-NH_4^+$ e a 40 °C diminui o teor de $N-NO_3^-$ de amostras de solo.

O método de análise do carbono total mostrou diferenças na quantificação do teor nas amostras de solo.

Mais estudos devem ser realizados para determinar a fonte de alterações de resultados de análise de carbono total, nitrogênio total e nitrogênio mineral em amostras de solo.

REFERÊNCIAS

- BATES, T. E. Soil handling and preparation. In: CARTER, M. R. (ed.). Soil sampling and methods of analysis. Canadian Society of Soil Science, 1993. Cap.3, p.19-24.
- BREMNER, J.M. Inorganic forms of nitrogen. In: BLACK, C.A. (Ed.), Methods of Soil Analysis. Madison, American Society of Agronomy, Wisconsin, p.1179–1237, 1965.
- JAMES, D. W. & WELLS, K. L. Soil sample collection and handling: Technique based on source and degree of field variability. In: WESTERMAN, R. L. (Ed.), Soil testing and plant analysis. 3rd ed. Madison. Soil Science Society of America Book Series n.3, 1990. Cap.3, p.25-44.
- KEENEY, D. R. & NELSON, D. W. Nitrogen: inorganic forms. In: PAGE AL; MILLER RH; KEENEY DR. 2nd ed. Methods of soil analysis. Madison: Am. Soc. Agron., 625-642, 1982.
- MATTOS JUNIOR, D.; CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van. Manuseio e conservação de amostras de solo para preservação do nitrogênio inorgânico. R. Bras. Ci. Solo, 19(3): 423-431, 1995.
- SWIFT, R. S. Organic Matter Characterization. In: Methods of Soil Analysis Part 3. Chemical Methods-SSSA Book Series nº 5. Madison: Soil Science Society of America and American Society of Agronomy, p.1011-1069, 1996.
- WALKLEY, A. & BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter, and a proposed modification of the chromic acid titration method. Soil Sci., 34:29-38, 1934.



Tabela 1. Carbono total (CT) em amostras de solo com quatro níveis de umidades e três formas de preparo (sem secagem, secagem a 40 e a 60 °C) analisadas pelos métodos de combustão direta em analisador elementar e indireto por oxidação do carbono através do dicromato de potássio em um Nitossolo Vermelho distroférico.

Método	Secagem	Umidade (%)				Média	cv
		10	15	20	25		
		----- g kg ⁻¹ -----					(%)
Direto	Sem Secagem	19,8 Ba	22,0 Ba	21,1 Ba	20,4 Ba	20,8	6,9
	40 °C	24,0 Aa	23,8 ABa	24,7 Aa	24,7 Aa	24,3	5,3
	60 °C	24,8 Aa	25,0 Aa	23,7 Aa	23,0 Aa	24,1	6,3
Indireto	Sem Secagem	17,1 Ad	19,5 Ac	22,3 Ab	26,8 Aa	21,4	5,8
	40 °C	17,0 Aa	17,1 Ba	16,9 Ba	16,8 Ba	17,0	2,4
	60 °C	17,9 Aa	17,9 Ba	18,1 Ba	18,0 Ba	18,0	2,5

Médias ligadas por letras distintas, minúsculas na horizontal e maiúscula na vertical, diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Tabela 2. Nitrogênio total (NT) em amostras de solo com quatro níveis de umidades e três formas de preparo (sem secagem, secagem a 40 e a 60 °C) analisadas pelos métodos de combustão direta em analisador elementar e digestão ácida com destilação de arraste de vapores em um Nitossolo Vermelho distroférico.

Método	Secagem	Umidade (%)				Média	cv
		10	15	20	25		
		----- g kg ⁻¹ -----					(%)
Direto	Sem Secagem	2,1 Ac	2,5 Ab	2,6 Ab	3,0 Aa	2,5	16,4
	40 °C	2,2 Aa	2,2 Aa	2,2 Ba	2,3 Ba	2,2	18,7
	60 °C	2,2 Aa	2,3 Aa	2,3 Ba	2,2 Ba	2,3	3,3
Digestão	Sem Secagem	2,4 Aa	2,4 Aa	2,3 Ab	2,1 Ac	2,3	2,8
	40 °C	2,3 Aa	2,3 Aa	2,2 Aa	2,2 Aa	2,2	2,9
	60 °C	2,3 Aa	2,4 Aa	2,2 Aa	2,3 Aa	2,3	1,9

Médias ligadas por letras distintas, minúsculas na horizontal e maiúscula na vertical, diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Tabela 3. Nitrogênio mineral (amônio (NH₄⁺) e nitrato (NO₃⁻) em amostras de solo com quatro níveis de umidades e três formas de preparo (sem secagem, secagem a 40 e a 60 °C) analisadas pelo método de destilação por arraste de vapores com uso de óxido de magnésio para amônio (NH₄⁺) e liga de devarda para nitrato (NO₃⁻) em um Nitossolo Vermelho distroférico.

Nitrogênio mineral	Secagem	Umidade (%)				Média	cv
		10	15	20	25		
		----- mg kg ⁻¹ -----					(%)
NH ₄ ⁺	Sem Secagem	14,6 Aa	13,2 Ba	13,6 Ba	13,1 Ba	13,6	21,0
	40 °C	13,0 Ba	13,1 Ba	10,6 Bb	11,4 Bb	10,2	32,9
	60 °C	15,8 Ab	15,6 Ab	18,8 Ab	25,1 Aa	18,8	21,9
NO ₃ ⁻	Sem Secagem	16,1 Aa	17,1 Aa	19,6 Aa	17,8 Aa	17,6	14,4
	40 °C	14,8 Aa	14,8 Ba	16,5 Ba	9,3 Bb	14,0	30,2
	60 °C	15,9 Aa	19,8 Aa	18,8 Aa	16,1 Aa	17,2	13,7

Médias ligadas por letras distintas, minúsculas na horizontal e maiúscula na vertical, diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).