

**UFRRJ**

**INSTITUTO DE AGRONOMIA  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA  
CIÊNCIA DO SOLO**

**TESE**

**Fracionamento Físico e Caracterização da Matéria  
Orgânica do Solo sob Diferentes Coberturas  
Vegetais**

**Érika Flávia Machado Pinheiro**

**2007**



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE AGRONOMIA  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA  
CIÊNCIA DO SOLO**

**FRACIONAMENTO FÍSICO E CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA  
ORGÂNICA DO SOLO SOB DIFERENTES COBERTURAS VEGETAIS**

**ÉRIKA FLÁVIA MACHADO PINHEIRO**

*Sob a Orientação do Professor*  
**Segundo Urquiaga Caballero**

*e Co-orientação do Professor*  
**Robert Michael Boddey**

Tese submetida como requisito parcial  
para obtenção do grau de **Doutor em**  
**Ciências** no Curso de Pós-Graduação  
em Agronomia, Área de Concentração  
em Ciência do Solo.

Seropédica, RJ  
Fevereiro de 2007

631.417

P654f

T

Pinheiro, Érika Flávia Machado, 1975-

Fracionamento Físico e Caracterização da Matéria Orgânica do Solo sob Diferentes Coberturas Vegetais/ Érika Flávia Machado Pinheiro. – 2007.

98 f. : il.

Orientador: Segundo Urquiaga Caballero.

Tese(doutorado) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Instituto de Agronomia.

Bibliografia: f. 74-85.

1. Química do solo – Teses. 2. Solos – Manejo – Teses. 3. Solos – Teor de compostos orgânicos – Teses. 4. Húmus – Teses. I. Urquiaga Caballero, Segundo Sacramento, 1950- II. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Instituto de Agronomia. III. Título.

É permitida a cópia parcial ou total desta tese, desde que seja citada a fonte.

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO**  
**INSTITUTO DE AGRONOMIA**  
**CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA – CIÊNCIA DO SOLO**

**ÉRIKA FLÁVIA MACHADO PINHEIRO**

Tese submetida como requisito parcial para obtenção do grau de **Doutor em Ciências**, no Curso de Pós-Graduação em Agronomia, área de Concentração em Ciência do Solo.

TESE APROVADA EM 28/02/2007

---

Segundo Urquiaga. Dr. Embrapa Agrobiologia

---

Daniel Vidal Pérez. Dr. Embrapa Solos

---

Eduardo Lima. Dr. UFRRJ

---

Robert Boddey. Ph.D. Embrapa Agrobiologia

---

Renato Roscoe. Ph.D. Embrapa Pecuária Oeste.

## **DEDICATÓRIA**

*Aos meus queridos avós,  
aos meus amados pais Sandra e Hilton Pinheiro,  
ao meu amado companheiro de todas as horas Marcos Ceddia e  
em especial as minhas pequeninas felicidades Júlia e Laura P. Ceddia  
que elas vivam sempre com alegria  
e nos encantem cada vez mais com sua magia....*

*Dedico*

## AGRADECIMENTOS

A Deus.

Aos meus pais que muito se sacrificaram, para que eu chegasse até esse momento, me ensinando a lutar com dignidade e acima de tudo a respeitar as pessoas.

À encantadora Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, pela minha formação, pelo acolhimento, pela lição de vida, pelos grandes amigos adquiridos.

A EMBRAPA Agrobiologia.

Ao orientador Dr. Segundo Urquiaga. Pelo seu exemplo de dedicação ao trabalho. Sempre pronto a ajudar, pelas valiosas discussões que muito contribuíram na minha formação profissional.

Ao Dr. Robert Boddey, pelo grande conhecimento adquirido.

Ao Dr. Bruno Alves pelas discussões no trabalho de tese.

A todos os professores do curso de Agronomia da UFRRJ, em especial aos professores do Departamento de Solos, pela formação e conhecimentos adquiridos.

Ao meu sempre mestre, orientador e amigo Dr. Marcos Gervasio Pereira. Pelo seu exemplo de dedicação, profissionalismo. Sempre me incentivando e acreditando no meu trabalho.

À professora Dr. Lúcia Helena Cunha dos Anjos, pela sua sólida orientação nos meus primeiros passos da vida científica, quando ainda era aluna de graduação e sua orientada como bolsista de PIBIC. Pelos seus ensinamentos nas inesquecíveis aulas de Formação e Classificação dos Solos.

Ao professor Dr. Marcos Bacis Ceddia. Pelo seu exemplo de profissionalismo e grande competência na arte de ensinar. Pelo seu amor ao trabalho, exemplo este que nos contagia.

A EMBRAPA Solos, na pessoa do Dr. Daniel Pérez. Pelo seu empenho em viabilizar as análises laboratoriais e pela valiosa assistência ao trabalho.

Ao Dr. Renato Roscoe pela grande contribuição ao trabalho.

Ao Dr. Eduardo Lima, pela grande contribuição ao trabalho, quando ainda em 1989, com sua equipe foi instalado o primeiro experimento com sistemas de colheita da cana-de-açúcar do país. Por sonhar e fazer grande parte dos seus sonhos realidade. Pelo seu grande e merecido sucesso na criação do único curso em Residência Agrônômica do país.

Ao CNPq, pela concessão da bolsa de Doutorado, Mestrado e Iniciação Científica (PIBIC).

A LAGRISA (ES) e a CEPLAC (BA) pelo apoio indispensável à execução deste trabalho.

Aos funcionários da Embrapa Agrobiologia, em especial ao amigo Roberto Grégio pela incansável insistência no aparelho Espectrômetro de Massas, viabilizando as análises de  $d^{13}C$ . Um agradecimento especial também se estende ao Sr. Selmo, a Sra. Dorimar, ao Altiberto Baeta e ao Roberto Andrade pelos bons momentos e importante auxílio nos trabalhos. A pesquisadora Dra. Janaína pela grande colaboração nas análises estatísticas.

Aos funcionários da EMBRAPA-Solos pelo carinho que me receberam. Em especial aos amigos Gilson e Sebastião.

Aos amigos de curso, pela colaboração e pelos agradáveis momentos, em especial a Adriana França, Fabiano Balieiro, David Villas-Boas, Ademir Fontana. Ao estudante de Agronomia Heraldo.

A todos funcionários do Departamento de Solos, em especial aos competentes Elizabeth Freitas e José Carlos Moraes, Maria Luciene Oliveira, Marcos Cruz da Silva e Andréia. Obrigada pela boa vontade e pelo auxílio nos trabalhos.

Um agradecimento especial à amiga Francisca de Oliveira Lucas, sem a qual não seria possível a realização deste trabalho. Por cuidar das minhas filhas com muito carinho e amor. Sou eternamente grata a você.

A todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

## **BIOGRAFIA**

Érika Flávia Machado Pinheiro, nascida em 13 de dezembro de 1975 no Rio de Janeiro, filha de Hilton Diniz Pinheiro e Sandra Márcia Machado Pinheiro. Ingressou na Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro em março de 1995 no curso de Engenharia Agrônômica. Em 1997, iniciou suas primeiras atividades científicas, quando foi estagiária do Laboratório de Gênese e Classificação do Solo e de Física do Solo. De setembro de 1998 a janeiro de 2000 foi bolsista de Iniciação Científica do CNPq. Em março de 2000, ingressou no Mestrado no Curso de Pós-Graduação em Agronomia - Ciência do Solo, defendendo a dissertação intitulada: **“Frações orgânicas e agregação em Latossolo em função de sistemas de preparo de solo de oleráceas em Paty do Alferes (RJ)”**. Sob a orientação dos Drs. Marcos Gervasio Pereira e Lúcia Helena Cunha dos Anjos. Em março de 2003, ingressou no Doutorado no Curso de Pós-Graduação em Agronomia - Ciência do Solo.



## RESUMO GERAL

PINHEIRO, Érika Flávia Machado Pinheiro. **Fracionamento físico e caracterização da matéria orgânica do solo sob diferentes coberturas vegetais.** 2007. 98f Tese (Doutorado em Agronomia, Ciência do Solo). Instituto de Agronomia, Departamento de Solos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2007.

A matéria orgânica determina os principais atributos que definem a qualidade do solo, sendo diretamente afetada pelas práticas de manejo. Esse trabalho objetivou ampliar o conhecimento referente às influências dos sistemas de manejo no estoque e qualidade da matéria orgânica do solo (MOS). Acredita-se que os diferentes sistemas de manejo agrícola e coberturas vegetais atuem de forma variável sobre a distribuição dos diferentes compartimentos da MOS. O estudo apresentado no Capítulo 1 foi conduzido a partir de um experimento de longa duração (13 anos) na usina de cana LAGRISA, no município de Linhares (ES), visando avaliar o efeito dos sistemas de colheita da cana no estoque e na qualidade da MOS. Os tratamentos avaliados foram: a) corte da cana após queima do palhiço (cana queimada) e, b) corte da cana sem a queima do palhiço, deixando-o sob o solo (cana crua). Analisando os resultados, observou-se que o sistema de colheita que preservou a palhada no solo contribuiu com maiores estoques de C e N no solo e frações da MOS, sendo então, o mais adequado para as condições edafoclimáticas estudadas. Os espectros de infravermelho da fração leve da MOS foram muito similares com outros encontrados na literatura, sugerindo que, a qualidade do material foi muito similar em diferentes ambientes, e que a diferença estaria, provavelmente, na quantidade desses compostos orgânicos presentes na fração leve da MOS. O manejo do solo atuou mais sobre a qualidade e não tanto sobre os estoques da MOS. O objetivo do estudo do Capítulo 2 foi o ajuste da metodologia utilizada no fracionamento densimétrico da MOS, através da escolha da densidade de NaI mais apropriada para a extração da fração leve da MOS. Esta será feita com o auxílio do emprego de isótopos do carbono e através da análise da composição química das frações extraídas. As amostras de solo utilizadas para a realização do fracionamento densimétrico são oriundas do sítio experimental localizado no CEPLAC município de Itabela (BA). O experimento foi instalado em 1988 visando um estudo de longa duração dos sistemas de manejo de pastagens. Amostras de terra, nas profundidades de 0-5 e 5-10 cm, foram coletadas de um solo Argissolo Vermelho Amarelo sob pastagens de capim elefante (*Pennisetum purpureum*) e sob pastagens de braquiária (*Brachiaria brizantha*). Para esse estudo, foram utilizadas amostras coletadas ainda antes da instalação do experimento, quando a área ainda era ocupada por uma vegetação típica de floresta secundária de Mata Atlântica. Além dessas amostras, foram utilizadas amostras de solo coletadas após seis e oito anos da implantação das pastagens. As áreas de pastagens encontravam-se em delineamento blocos ao acaso com 4 repetições por tratamento. Antes da realização do teste para a escolha da densidade foi realizado o ajuste da potência emitida pelo aparelho de ultra-som, bem como a identificação do nível de energia ultra-sônica necessária para romper os macroagregados do solo. Para o solo Argissolo Vermelho-Amarelo estudado, a energia de dispersão adequada foi de 600 J ml<sup>-1</sup>. A separação utilizando diferentes densidades na solução de NaI foi um fator significativo na quantidade, no teor de carbono orgânico e nos resultados de d<sup>13</sup>C da fração leve livre e leve intra-agregado da matéria orgânica, extraída em todas as coberturas vegetais avaliadas.

**Palavras-chave:** Fracionamento químico. Estoque de C e N. Fração leve. d<sup>13</sup>C. Espectroscopia de infravermelho.

## GENERAL ABSTRACT

PINHEIRO, Érika Flavia Machado Pinheiro. **Physical fractionating and characterization of organic matter of soils under different coverages.** 2007. 98p. Thesis (Doctor Science in Agronomy, Soil Science) Instituto de Agronomia, Departamento de Solos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2007.

The soil organic matter determines the main attributes that define soil quality, and it is directly affected by the soil management practices. The objective of this study was to amplify the understanding of the influence of soil tillage systems in the stock and quality of soil organic matter (SOM). It is believed that different soil tillage systems and soil coverage act differently on the distribution of SOM pools. The study reported on Chapter I was conducted in a long-term experiment (13 years) in LAGRISA sugar-cane processing plant, in Linhares municipality (ES), to evaluate the effect of sugarcane harvesting systems on SOM's stock and quality. The treatments evaluated were: a) with pre-harvest burning (burnt cane), and b) without pre-harvest burning, with the maintenance of the residue as soil coverage (green cane). The management of the crop as green cane, with residue conservation, contributed with higher C and N stocks and SOM fractions; thus it being more suitable for the soil and climate conditions studied. Light fractions infrared spectrums were very similar with others found in the literature, suggesting that, the quality of the material was very similar, for different environments, but the quantity of the organic compounds in the light fraction of SOM would, probably, be the difference. The soil management systems influenced more in the quality of SOM than in SOM stocks. The objective of Chapter 2 study was to standardize the methodology used in the densimetric fractionating of SOM, related to the NaI density best suited for extracting the light fraction of SOM. It was tested by using carbon isotopes and analyzing the chemical composition of the fractions extracted. Soil samples used in the densimetric fractionating were from an experimental site located in CEPLAC, Itabela municipality (BA). The experiment was installed in 1988, in a long term system of pasture management study. Soil samples were collected at the 0-5 and 5-10 cm depth, in a Red and Yellow Ultisol, under brachiaria (*Brachiaria brizantha*) and elephant grass (*Pennisetum purpureum*) pastures. For this study, it was also used soil samples taken previously to the pasture experiment implantation, when the area had coverage of secondary Atlantic Forest. Besides that, soil samples from pastures with 6 and 8 years after implantation were used. The experimental design of the pasture plots was of randomized block with 4 repetitions in each treatment. Before the NaI density testing, it was necessary to calibrate the ultrasound equipment potency, as well as to identify the energy level necessary to break down the soil macroaggregates. For the Red Yellow Ultisol evaluated, the adequate energy to disperse the soil aggregates was 600 J ml<sup>-1</sup>. The separation using different densities of NaI solution was a significant factor in the amount, in the organic carbon content and in the data of d<sup>13</sup>C in the free light fraction and intra-aggregate light fraction of organic matter, extracted in all soil coverage.

**Key words:** Chemical fractionation. C and N stocks. Light fraction. d<sup>13</sup>C. Infrared spectroscopy.

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Visão geral da área experimental. ....	17
<b>Figura 2.</b> Queima do canavial antes da colheita. No plano inferior, observa-se a palhada sob o solo no sistema de colheita sem a queima da cana-de-açúcar. ....	17
<b>Figura 3.</b> Produtividade da cana-de-açúcar sob os sistemas de colheita cana sem queima (CC) e cana com queima (CQ) em Linhares, ES. Fonte: Lima (dados não publicados). ....	18
<b>Figura 4.</b> Detalhe da fração leve intra-agregado (esquerda) e da fração leve livre. ....	20
<b>Figura 5.</b> Detalhe da amostra no ultra-som (figura à esquerda). E, após a sonificação a fração orgânica sobrenadante é succionada por filtração a vácuo. ....	21
<b>Figura 6.</b> Densidade do solo em diferentes profundidades sob diferentes sistemas de corte da cana-de-açúcar, em Linhares (ES). (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	24
<b>Figura 7.</b> Teores de carbono no solo sob dois sistemas de corte da cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	26
<b>Figura 8.</b> Teores de nitrogênio no solo sob sistemas de corte da cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	27
<b>Figura 9.</b> Relação C:N do solo sob os sistemas de corte da cana-de-açúcar, em Linhares (ES). (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	27
<b>Figura 10.</b> Composição isotópica de $^{13}\text{C}$ no solo sob cobertura de cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	30
<b>Figura 11.</b> Percentagem de carbono oriundo da vegetação anterior (mata) e da cobertura atual com cana-de-açúcar sob o sistema sem a queima da palhada (A) e com queima da Palhada (B) em Linhares, ES (média de 5 repetições). ....	32
<b>Figura 12.</b> Origem e estoque do carbono no solo sob cobertura de cana-de-açúcar, no município de Linhares (ES). (média de 5 repetições). CC-cana crua, CQ-cana queimada. ....	33
<b>Figura 13.</b> Massa da fração leve livre em relação ao solo total ( $\text{g kg}^{-1}$ ) sob os sistemas de manejo cana queimada (CQ) e cana crua (CC), até 30 cm de profundidade. Barras verticais indicam o erro padrão. ....	35
<b>Figura 14.</b> Fração leve livre com elevada quantidade de carvão no sistema com queima da palhada. ....	36
<b>Figura 15.</b> Espectros de infravermelho da FLL sob os diferentes sistemas de corte da cana. O primeiro espectro refere-se ao sistema cana crua (A), o segundo refere-se ao sistema cana queimada (B). ....	38
<b>Figura 16.</b> Diagrama representando o procedimento para a separação das frações leves (Fonte: Sohi, 2001). ....	46
<b>Figura 17.</b> Curvas de resfriamento para o recipiente e local onde foram feitas as sonificações. ....	54
<b>Figura 18.</b> Curva de perda de energia (H) para o suporte. ....	55
<b>Figura 19.</b> Quantidade de argila ( $\text{g kg}^{-1}$ ) em função da energia aplicada do ultra-som. ....	56
<b>Figura 20.</b> Efeito da energia do ultra-som aplicada no teor de carbono da fração areia da matéria orgânica do solo. ....	57

<b>Figura 21.</b> Efeito da energia do ultra-som aplicada no $d^{13}C$ (‰) da fração areia da matéria orgânica do solo. ....	58
<b>Figura 22.</b> Massa da FLL em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de braquiária (0-5 e 5-10 cm). * Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ). ....	59
<b>Figura 23.</b> Fração leve livre em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de capim elefante (0-5 e 5-10 cm). * Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ). ....	59
<b>Figura 24.</b> Fração leve livre em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm). * Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ). ....	60
<b>Figura 25.</b> Massa de FLL ( $g\ kg^{-1}$ ) em relação ao solo total, após 6 e 8 anos de implantação das pastagens de braquiária e capim elefante (0-5 cm). Letras maiúsculas distintas dentro de uma mesma cobertura vegetal, diferem entre si para ano, pelo Teste de Scott-Knott ( $P < 5\%$ ). ....	61
<b>Figura 26.</b> Massa da fração leve intra-agregado em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob coberturas de pastagens de braquiária e capim elefante (0-5 cm). ....	63
<b>Figura 27.</b> Massa da fração leve intra-agregado em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de pastagens de braquiária e capim elefante (5-10 cm). ....	64
<b>Figura 28.</b> Massa da fração leve intra-agregado em relação ao solo total ( $g\ kg^{-1}$ ) extraída com solução de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm). ....	64
<b>Figura 29.</b> Teores de carbono orgânico da fração leve intra-agregado ( $g\ kg^{-1}$ de fração) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de braquiária e capim elefante (0-5 cm). ....	67
<b>Figura 30.</b> Teores de carbono orgânico da fração leve intra-agregado ( $g\ kg^{-1}$ de fração) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm). ....	67
<b>Figura 31.</b> $d^{13}C$ (‰) da fração leve livre extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura vegetal de braquiária e de capim elefante (0-5 cm). ....	68
<b>Figura 32.</b> $d^{13}C$ da fração leve intra-agregado após 6 e 8 anos de implantação das pastagens de braquiária (0-5 cm). Letras maiúsculas distintas são diferentes entre si para ano, pelo Teste de Scott-Knott ( $P < 5\%$ ). ....	70
<b>Figura 33.</b> $d^{13}C$ da fração leve intra-agregado sob diferentes densidades de NaI, após 8 anos de implantação das pastagens de braquiária (0-5 cm). ....	70
<b>Figura 34.</b> Composição isotópica de $^{13}C$ no solo sob cobertura de cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições). ....	85

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Bandas de absorção no infravermelho mais observadas nos estudos da MOS.....	15
<b>Tabela 2.</b> Análise granulométrica do solo sob mata e cana-de-açúcar em Linhares (ES).....	22
<b>Tabela 3.</b> Análise química do solo sob os sistemas de corte da cana-de-açúcar. ....	25
<b>Tabela 4.</b> Estoques de C e N no solo sob o sistema de colheita cana crua e cana queimada. Considerou-se para o cálculo do estoque de C e N a mesma massa de solo da área considerada como referência (cana crua). ....	29
<b>Tabela 5.</b> Teores de carbono ( $\text{g kg}^{-1}$ ) das frações ácido fúlvico (AF), ácido húmico (AH) e humina (H) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada (CQ). ....	34
<b>Tabela 6.</b> Valores de F para a interação das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio adicionado e o tempo, no solo sob cobertura vegetal de braquiária e capim elefante. ....	62
<b>Tabela 7.</b> Teores de carbono na fração leve ( $\text{g kg}^{-1}$ de fração) em função das três densidades avaliadas, para o solo sob cobertura de braquiária e capim elefante, com os respectivos coeficientes da equação ( $b_0$ e $b_1$ ) e o coeficiente de determinação ( $R^2$ ). ....	66
<b>Tabela 8.</b> Valores de F para a interação densidade/ano nas coberturas de braquiária e capim elefante. ....	69

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO GERAL.....	1
2. CAPÍTULO I.....	3
ESTOQUE E QUALIDADE DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO SOB PLANTIO DE CANA-DE-AÇÚCAR EM LINHARES (ES). INFLUÊNCIA DA QUEIMA OU MANUTENÇÃO DA PALHADA .....	3
2.1 RESUMO.....	4
2.2 ABSTRACT.....	5
2.3. INTRODUÇÃO .....	6
2.4 REVISÃO DE LITERATURA.....	8
2.4.1 Compartimentos da MOS .....	8
2.4.2 Métodos de estudos da MOS .....	9
2.4.3 Fracionamento químico .....	9
2.4.4 Fracionamento físico .....	10
2.4.5 Uso de traçadores isotópicos .....	12
2.4.6 Estudos com isótopos estáveis .....	12
2.4.7 Radioisótopos .....	13
2.4.8 Espectroscopia de infravermelho.....	14
2.5 MATERIAL E MÉTODOS .....	16
2.5.1 Localização e histórico da área experimental.....	16
2.5.2 Tratamentos e delineamento experimental .....	16
2.5.3 Caracterização das propriedades químicas e físicas do solo .....	18
2.5.4 Determinação de carbono e nitrogênio totais e $d^{13}C$ .....	18
2.5.5 Estoque de carbono e nitrogênio no solo .....	18
2.5.6 Determinação da origem do carbono no solo .....	19
2.5.7 Extração e fracionamento das substâncias húmicas do solo.....	19
2.5.8 Fracionamento físico da MOS .....	20
2.5.9 Caracterização espectroscópica das frações leve .....	21
2.5.10 Análise estatística .....	21
2.6 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	22
2.6.1 Propriedades físicas .....	22
2.6.2 Análise química do solo .....	24
2.6.3 Conteúdo de carbono e nitrogênio no solo .....	25
2.6.4 Estoque de carbono e nitrogênio no solo .....	28
2.6.5 Composição isotópica do carbono do solo .....	29
2.6.6 Origem do carbono do solo .....	31
2.6.7 Fracionamento químico da matéria orgânica do solo. ....	33
2.6.8 Fracionamento físico da MOS .....	34
2.6.9 Espectroscopia de infravermelho da fração leve da MOS.....	36
2.7 CONCLUSÕES .....	39

3. CAPÍTULO II.....	40
FRACIONAMENTO DENSIMÉTRICO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO: PADRONIZAÇÃO DA METODOLOGIA.....	40
3.1 RESUMO.....	41
3.2 ABSTRACT.....	42
3.3. INTRODUÇÃO.....	43
3.4 REVISÃO DE LITERATURA.....	45
3.4.1 Fracionamento físico e modelagem da MOS.....	45
3.4.2 Fracionamento físico da MOS.....	45
3.4.3 Fração leve livre – aspectos metodológicos.....	46
3.4.4 Fração leve intra-agregado ou oclusa – aspectos metodológicos.....	47
3.5 MATERIAL E MÉTODOS.....	50
3.5.1 Solo.....	50
3.5.2 Cálculo da potência emitida pelo ultra-som:.....	50
3.5.3 Determinação da energia adequada para completa dispersão dos microagregados ...	52
3.5.4 Fracionamento por densidade.....	53
3.5.5 Determinação de Carbono e $d^{13}C$ nas frações leves.....	53
3.6 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	54
3.6.1 Cálculo da potência emitida pelo ultra-som.....	54
3.6.2 Cálculo da energia necessária à dispersão dos agregados.....	56
3.6.3 Carbono na fração areia em função dos níveis de energia aplicados no ultra-som....	56
3.6.4. Fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI	58
3.6.5. Carbono da fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI.....	65
3.6.6. $d^{13}C$ da fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI.....	67
3.7 CONCLUSÕES.....	71
4. CONCLUSÕES GERAIS.....	72
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	73
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	74
7. ANEXO.....	85

## 1. INTRODUÇÃO GERAL

A conversão de ecossistemas naturais para a agricultura envolve uma série de atividades que afetam as taxas de adição e de decomposição da matéria orgânica do solo (MOS). A decomposição da MOS é especialmente aumentada por distúrbios físicos que destroem os macroagregados e expõe a matéria orgânica previamente protegida à oxidação e a decomposição microbiana.

Esses distúrbios físicos variam com os sistemas de manejo e podem afetar severamente a qualidade do solo, reduzir a produtividade das culturas em médio prazo e aumentar os riscos de erosão e emissão de CO<sub>2</sub> à atmosfera.

O objetivo do Protocolo de Kyoto é estabilizar e reduzir as emissões de gases de efeito estufa, mitigar a mudança climática e promover desenvolvimento sustentável (Lal et al., 2004). A mitigação das mudanças climáticas através da redução de CO<sub>2</sub> da atmosfera pode ser feito através de mudanças nas práticas de manejo e conseqüentemente através do seqüestro de carbono orgânico nos solos (Lal et al., 2004).

O seqüestro de carbono é o carbono estocado nos solos ou em materiais vegetais, ficando estes como compartimentos permanentes ou semi-permanentes. O seqüestro de carbono pode mitigar em torno de 20% do acúmulo de gases de efeito estufa na atmosfera (Lal et al., 2004). A conversão de terras para pastagens e florestas para áreas agrícolas, aliada as práticas de manejo, têm sido os maiores responsáveis pela elevada emissão de CO<sub>2</sub> promovida pela agricultura para a atmosfera, na metade do século 20.

O compartimento carbono consiste de biomassa vegetal depositada sob o solo, liteira, biomassa depositada sobre o solo, carbono do solo e material vegetal deixado após a colheita da cultura (Lal et al., 2004).

Uma estimativa precisa do potencial de seqüestro de carbono para uma região ou país requer informações a respeito do histórico da perda de carbono orgânico no solo pela mudança no uso da terra e a taxa de seqüestro de carbono orgânico no solo pela adoção de um sistema de manejo conservacionista (Lal, 2001).

Em áreas tropicais úmidas, a decomposição da MOS é mais intensa devido à elevada precipitação e alta temperatura média anual, especialmente sob intensivo manejo do solo. No entanto, o potencial fotossintético nos trópicos úmidos é também maior e então o potencial de seqüestro de carbono no solo pode ser significativo em larga escala após conversão para sistemas de manejo menos intensivos ou outras práticas de manejo conservacionista (Zinn et al., 2005).

Um histórico das perdas de carbono orgânico nos solos não está bem delimitado para os principais solos e ecossistemas brasileiros. Esforços estão sendo feitos para estimar essas perdas, porém torna-se complicado devido à alta variabilidade dos solos, clima, sistemas de manejo e falta de conhecimento adequado em todos os fatores envolvidos.

O objetivo do Capítulo 1 dessa tese foi avaliar o estoque e a qualidade da MOS num Argissolo Amarelo sob diferentes sistemas de colheita da cana-de-açúcar, no município de Linhares (ES).

No Capítulo 2 foi realizado um estudo a respeito da metodologia do fracionamento por densidade da MOS, pois tão importante quanto conhecer a influência dos sistemas de manejo sobre o estoque de carbono e nitrogênio nos solos é conhecer a qualidade da matéria orgânica nas frações físicas do solo. Diferentes frações físicas, como frações leve livre e associada aos minerais possuem diferentes aspectos funcionais e composicionais, nem sempre percebidos numa avaliação do solo integral. A combinação do fracionamento físico do solo com o emprego de técnicas analíticas como espectroscopia de infravermelho e ressonância



magnética nuclear de  $^{13}\text{C}$  permite a obtenção de informação mais ampla sobre alguns aspectos básicos da dinâmica da MOS, como sua decomposição, estabilização, funcionalidade, estrutura, entre outros.

O estudo de MOS baseado em métodos de fracionamento físico em substituição aos métodos químicos convencionais é relativamente recente em Ciência do Solo. Especificamente na região sul e sudeste do Brasil, apesar de já existirem trabalhos científicos de grande relevância, o conhecimento de como o manejo do solo interfere na qualidade da fração física ainda precisa ser aprofundado, o que certamente trará informações para um melhor entendimento da dinâmica da MOS como um todo.

A base teórica do fracionamento físico do solo enfatiza o papel dos minerais do solo na estabilização e ciclagem da MOS (Christensen, 2002). O fracionamento físico é considerado uma técnica menos destrutiva quimicamente em comparação ao fracionamento químico e os resultados obtidos das frações físicas do solo são relacionadas mais diretamente à estrutura e função da MO no solo do que o fracionamento químico (Christensen, 2002). O fracionamento físico é dividido pela separação por densidade e por tamanho das partículas organo-mineral primária do solo. Alguns autores fazem a combinação dos dois métodos para melhor compreensão da dinâmica da MOS para fins de modelagem (Sohi, 2002).

Com base na densidade, a MOS pode ser dividida em frações leve e pesada, compreendendo partículas orgânicas e partículas minerais agregadas, respectivamente. A proteção desse material orgânico dentro dos agregados (fração leve oclusa ou leve intra-agregado) sugere que existe uma diferença na taxa de decomposição em relação ao material orgânico livre (fração leve livre) e, isso pode ser refletido na sua composição química (Golchin et al., 1994).

Na literatura ainda não há um procedimento padrão aceito nem quanto ao reagente nem quanto à densidade da solução utilizada no fracionamento densimétrico da MOS. Uma razão para a grande variedade de metodologia utilizada é provavelmente a limitação em pesquisa nos vários aspectos do método de fracionamento físico. Poucos estudos têm avaliado em detalhes os métodos usados e muitos aspectos dos procedimentos experimentais permanecem obscuros, tais como padronização da potência da energia do ultra-som, reagente utilizado e densidade destes (Christensen, 2002).

Um dos objetivos desse estudo foi fornecer uma proposta para o ajuste da metodologia do fracionamento densimétrico da MOS sob diferentes coberturas vegetais baseado num estudo de longo prazo (8 anos) num experimento em Itabela (BA). A finalidade desse ajuste é obter frações leves mais homogêneas entre si e suficientemente distintas quando comparada com as demais. Através dos resultados encontrados nesse trabalho será possível avaliar se as informações obtidas das frações físicas extraídas são viáveis para fins de modelagem da dinâmica da matéria orgânica do solo.

Desta forma, o objetivo geral dessa tese é contribuir para um melhor entendimento da dinâmica da matéria orgânica nos solos em agroecossistemas, visando desenvolver estratégias para uma utilização sustentável dos solos e reduzir o impacto das atividades agrícolas sobre o meio ambiente.

## **2. CAPÍTULO I**

# **ESTOQUE E QUALIDADE DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO SOB PLANTIO DE CANA-DE-AÇÚCAR EM LINHARES (ES). INFLUÊNCIA DA QUEIMA OU MANUTENÇÃO DA PALHADA**

## 2.1 RESUMO

A matéria orgânica determina os principais atributos que definem a qualidade do solo, sendo diretamente afetada pelas práticas de manejo. Esse trabalho objetivou ampliar o conhecimento referente às influências dos sistemas de manejo no estoque e qualidade da matéria orgânica do solo (MOS). Acredita-se que os diferentes sistemas de manejo agrícola e coberturas vegetais atuem de forma variável sobre a distribuição dos diferentes compartimentos da MOS. O estudo apresentado no capítulo 1 foi conduzido a partir de um experimento de longa duração (13 anos) na usina de cana-de-açúcar LAGRISA, no município de Linhares (ES), visando avaliar o efeito dos sistemas de colheita da cana no estoque e qualidade da MOS. Os tratamentos avaliados foram: a) corte da cana após queima do palhicho (cana queimada) e, b) corte da cana sem a queima do palhicho, deixando-o sob o solo (cana crua). Também foi realizada coleta de amostra de terra numa área de mata adjacente ao experimento. O delineamento experimental utilizado foi o de blocos ao acaso, com cinco repetições para cada tratamento. Em novembro de 2003, foram abertas trincheiras onde amostras de terra foram coletadas até 100 cm de profundidade para a determinação da densidade do solo, carbono, nitrogênio orgânico,  $\delta^{13}\text{C}$ , substâncias húmicas e frações leves da MOS. As frações leves foram avaliadas qualitativamente através da espectroscopia de infravermelho. A não queima da palhada aumentou o estoque de carbono no solo, como evidenciado quando se avalia a profundidade de 0-10 cm. Entretanto, esse aumento de carbono estocado não foi detectado nas camadas 0-40 cm e 0-100 cm. O que sugere que, para avaliar o estoque de carbono no solo, uma maior estratificação das camadas superficiais deve ser feita quando a maior contribuição esperada de carbono vem dos resíduos superficiais. A origem desse carbono estocado foi proveniente tanto da vegetação antiga (mata) quanto da vegetação atual (cana-de-açúcar). A contribuição do carbono proveniente da cana-de-açúcar foi maior somente nos primeiros 10 cm de solo, após essa profundidade, o carbono da mata é o principal responsável pelo estoque de carbono no solo. Ao avaliar a qualidade da matéria orgânica estocada no solo através do fracionamento químico, observou-se que em ambos sistemas de colheita da cana, as frações orgânicas mais humificadas (ácido húmico e humina) predominaram na camada superficial do solo. E que o sistema cana crua apresentou-se menos humificado em relação ao sistema cana queimada (30-40 cm). Analisando os resultados do fracionamento físico, constata-se que a massa de fração leve livre foi maior na camada superficial (0-5 cm) para ambos os sistemas de colheita da cana-de-açúcar. E que, somente na camada superficial (0-5 cm) a cana crua foi estatisticamente superior à cana queimada. A ciclagem da MOS foi maior na camada superficial do solo em ambos os sistemas de colheita da cana-de-açúcar. A fração leve deve ser a responsável pela rápida ciclagem da MOS nessa profundidade. Os espectros de infravermelho da fração leve da MOS são muito similares com outros encontrados na literatura, sugerindo que, a qualidade do material é muito similar em diferentes ambientes, e que a diferença estaria, provavelmente, na quantidade desses compostos orgânicos presentes na fração leve. O manejo do solo atuou mais sobre a qualidade e não tanto sobre os estoques da MOS.

**Palavras chave:** Fracionamento químico. Estoque de C e N. Fração leve.  $\delta^{13}\text{C}$ . Espectroscopia de infravermelho.

## 2.2 ABSTRACT

Soil organic matter determines the main attributes that define soil quality, and it is directly affected by the soil management practices. The objective of this study was to amplify the influence of soil tillage systems in soil organic matter (SOM) stock and quality. It's believed that different soil tillage systems and soil coverage act differently on the distribution of SOM pools. The study reported on Chapter 1 was conducted in a long-term experiment (13 years) in LAGRISA sugarcane processing plant, in Linhares municipality (ES), to evaluate the effect of sugarcane harvesting systems on SOM's stock and quality. The treatments evaluated were: with pre-harvest burning (burnt cane) and b) without pre-harvest burning with the maintenance of the residue as soil coverage (green cane). Soil samples from forest, near experimental site were also sampled. Experimental design was randomized block each treatment with five repetitions. On November of 2003, soil samples was collected until 100 cm depth for soil bulk density analyze, organic carbon and nitrogen,  $\delta^{13}\text{C}$ , humic substances and SOM light fraction. Light fraction was qualitative evaluated by infrared spectroscopy. Green cane management systems were higher in soil carbon stock compared with the burning systems, only in the first 10 cm. But, in 0-40 cm and 0-100 cm depth, the green cane management system wasn't statistically different from the burned one. It suggests that, to evaluate soil carbon stocks in soils, it is necessary to have more stratification of the first depth when the expected higher carbon contribution is from topsoil residues. The origin of this soil organic carbon stocked was not only from the old vegetation (forest) but also from the actual one (sugarcane). Sugarcane carbon contribution was higher only in the first 10 cm, bellow this, forest carbon was responsible for the soil organic carbon stock. When it was evaluated the SOM quality by chemical fractionating, it was found that in both tillage systems, the more humified soil organic matter fractions (humic acid and humin) were in topsoil. And, green cane tillage system was less humified than the burned one (30-40 cm). Physical fractionating of SOM showed that the mass of light fraction was higher in the topsoil (0-5 cm) for both tillage systems. And, green cane management systems were statistically different from burned cane management systems only in this depth (0-5 cm). The SOM dynamics were higher in the topsoil for both sugarcane harvested systems. The light fraction must be responsible for this. Light fractions infrared spectrums were very similar with others found in the literature, suggesting that, the quality of the material was very similar, for different environments, but the quantity of the organic compounds in the light fractions of SOM would, probably, be the difference. The soil management systems influenced more in the quality of SOM than in SOM stocks.

**Key words:** Chemical fractionation. C and N stocks. Light fraction.  $\delta^{13}\text{C}$ . Infrared spectroscopy.

### 2.3. INTRODUÇÃO

Desde 1850 após a revolução industrial, houve um rápido aumento da concentração de CO<sub>2</sub> e outros gases de efeito estufa na atmosfera (CH<sub>4</sub>, N<sub>2</sub>O, NO<sub>x</sub>). Isso tem gerado muitas questões de importância global, como por exemplo: Qual é o papel dos ecossistemas tropicais como fonte ou sumidouro de CO<sub>2</sub> atmosférico? Como as perturbações antropogênicas afetam a concentração de CO<sub>2</sub> atmosférico? Qual é o papel dos solos tropicais no ciclo global de carbono, e que opção de manejo do solo seria capaz de explorar ao máximo o potencial desses solos como maior sumidouro para o CO<sub>2</sub> atmosférico?

O ecossistema tropical tem papel muito importante para o ciclo global do carbono, haja vista o tamanho ocupado (4,9 x 10<sup>9</sup> ha) e biomassa contida (Lal & Kimble, 2000). As taxas de adição de matéria orgânica fresca nos solos e, a taxa de conversão desta em carbono orgânico (30 a 50%) é muito similar para ambas regiões tropicais e temperadas. Porém, a taxa anual de decomposição (k) pode ser de 2 a 5 vezes maior nos trópicos do que em regiões temperadas (Lal & Kimble, 2000).

Há muitos fatores que afetam a taxa de decomposição da matéria orgânica do solo. A conversão de ecossistemas naturais para a agricultura envolve uma série de atividades que afetam as taxas de adição e de decomposição da MOS. A decomposição da MOS é especialmente acelerada por distúrbios físicos que destroem os macroagregados e a expõe à oxidação pela ação da biomassa microbiana do solo. Esse processo pode afetar severamente a qualidade do solo, reduzir a produtividade das culturas em médio prazo e aumentar os riscos de erosão e de emissão de CO<sub>2</sub>. O manejo adequado do solo propicia a manutenção ou o incremento dos estoques de MOS, através da adição de resíduos culturais e menor revolvimento do solo.

A atividade agrícola no país vem sofrendo transformações que podem trazer impactos positivos para a conservação do solo, tendo como referência o manejo estabelecido anteriormente, como é o caso da cultura da cana-de-açúcar. Na década de 50, devido ao grande avanço no setor açucareiro, houve um estímulo a práticas culturais que facilitassem o manejo da cultura e reduzissem o uso da mão-de-obra. Com isso, a queima do canavial antes do corte, passou a ser uma prática bastante difundida. No entanto, nestas últimas duas décadas, a preocupação com o meio ambiente fez com que práticas como a reutilização da vinhaça para fertilizar o canavial, e a colheita da cana sem a queima passasse a ser adotada.

Um dos benefícios da manutenção da palhada no canavial é a proteção do solo. Em média, a cultura da cana produz cerca de 10 Mg ha<sup>-1</sup> de palha que contém diversos elementos, entre eles o carbono e o nitrogênio. Este material, quando deixado sobre o solo, forma uma cobertura inicial de 10 a 15 cm de espessura (Urquiaga et al., 1991). Além disso, um estudo de longo prazo mostrou que houve um aumento de 25 % na produtividade de colmos devido a não utilização da queima do canavial para a colheita da cana, além dos benefícios para o balanço de nitrogênio do sistema relacionados ao processo de fixação de N<sub>2</sub> (Resende et al, 2005).

Desde a instalação dos primeiros experimentos de longa duração na região sudeste do Brasil, muitas informações foram obtidas com relação aos estoques de MOS em função dos sistemas de colheita da cana-de-açúcar.

Tão importante quanto conhecer o efeito dos sistemas de colheita sobre o estoque total de MOS, é também conhecer a influência destes sobre a qualidade da matéria orgânica nas frações químicas e físicas do solo. Diferentes frações físicas como por exemplo, fração leve e fração orgânica ligada aos minerais do solo, possuem diferentes aspectos funcionais e posicionais, nem sempre percebidos numa avaliação do solo integral. A combinação do

fracionamento do solo com métodos espectroscópicos permitem a obtenção de informações mais amplas sobre alguns aspectos da dinâmica da MOS, como sua decomposição, humificação, estrutura, funcionalidade entre outros.

O Brasil é signatário do Protocolo de Kyoto, mas não está comprometido com metas de redução de gases de efeito estufa, porém, pode se beneficiar no futuro com práticas que contribuam com o seqüestro de carbono atmosférico (IPCC, 1997). Por esse motivo, é importante avaliar como o sistema de manejo da cultura de cana-de-açúcar pode potencializar a acumulação de carbono no solo. Devido à extensão das terras agrícolas brasileiras, e a franca expansão das áreas com canaviais, é importante avaliar o efeito da colheita da cana sem a queima da palhada em diferentes regiões quanto à acumulação de carbono no solo.

Como hipótese científica desse estudo considerou-se que sob sistema de colheita de cana-de-açúcar sem a queima da palhada, onde os resíduos culturais são deixados sobre o solo, ocorre um aumento da MOS refletido através do aumento no teor de C, N e das frações orgânicas no solo. Nesse sistema, que preserva os resíduos vegetais na superfície, ocorre uma diminuição do grau de humificação da matéria orgânica do solo.

O objetivo geral desse estudo foi ampliar o conhecimento referente aos sistemas de manejo de colheita da cultura da cana-de-açúcar sobre o estoque e a qualidade da matéria orgânica do solo, em um Argissolo Amarelo Coeso no ambiente de tabuleiros costeiros.

Os objetivos específicos foram: - avaliar a distribuição de carbono e nitrogênio total no solo sob diferentes sistemas de colheita da cana-de-açúcar, até 100 cm de profundidade; - avaliar o estoque de carbono e nitrogênio em cada camada nos dois sistemas de colheita empregados; - identificar a origem do carbono orgânico nos perfis de solo sob os diferentes sistemas de colheita da cana, até 100 cm de profundidade; - quantificar e caracterizar os diferentes compartimentos da matéria orgânica do solo; - caracterização qualitativa da fração leve da matéria orgânica do solo.

## 2.4 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.4.1 Compartimentos da MOS

A matéria orgânica do solo (MOS) é resultante, principalmente, da deposição de resíduos de plantas (fonte primária) e animais (fonte secundária) em vários estágios de decomposição, além dos organismos, vivos ou mortos, microrganismos e das raízes dos vegetais (Theng, 1987). Os resíduos ao serem depositados, são submetidos inicialmente à transformação parcial pela mesofauna e, posteriormente, à ação decompositora dos microrganismos. Parte do carbono presente nos resíduos é liberada para a atmosfera como CO<sub>2</sub>, num processo denominado de *mineralização*, e o restante passa a fazer parte da matéria orgânica do solo (Schnitzer & Khan, 1972; Bayer & Mielniczuk, 1997).

De acordo com Theng (1987), a MOS pode ser usualmente subdividida em dois compartimentos: (a) matéria orgânica viva e (b) matéria orgânica morta. O componente vivo, que raramente excede 4% do carbono orgânico total do solo, pode ser subdividido em três compartimentos: raízes (5-10%), fauna (15-30%) e microrganismos (60-80%). Embora as raízes ocupem o menor compartimento, sua distribuição pode ter maior influência nos processos químicos, físicos e biológicos do solo, do que a quantidade que seu estoque sugere. O componente morto pode ser subdividido em matéria macroorgânica ou fração leve e húmus.

A matéria macroorgânica consiste de resíduos de plantas e animais em estágios variados de decomposição. A matéria orgânica morta, que permanece após a separação da matéria macroorgânica, apesar de comumente ser denominada de húmus, consiste de substâncias não húmicas e húmicas (Theng, 1987).

As substâncias não húmicas incluem aquelas de grupamentos químicos ainda reconhecidos como carboidratos, proteínas, peptídeos, aminoácidos, ácidos nucléicos, graxas, resinas, pigmentos e outras substâncias orgânicas de baixo peso molecular (Schnitzer, 1991). As substâncias húmicas constituem a maior parte da matéria orgânica morta do solo e tem sido as mais intensivamente estudadas (Coleman et al., 1989). Devido a sua heterogeneidade e complexidade molecular, ainda é difícil definir a estrutura química destes materiais, porém três categorias ou frações são conhecidas em função da sua solubilidade em soluções de ácidos ou bases: ácidos húmicos, ácidos fúlvicos e húmina.

A matéria orgânica do solo pode também ser dividida em compartimentos lábeis e estáveis. Estas definições são relativas e baseadas na taxa de decomposição no solo de um constituinte particular (Coleman et al., 1989). Segundo Kononova (1984), a fração estável corresponde a maior parte da MOS, da qual fazem parte às substâncias húmicas propriamente dita e outras macromoléculas que estão fisicamente protegidas pela adsorção com a superfície dos minerais.

Os compostos orgânicos de origem vegetal são de maneira geral, de natureza complexa, mas de composição elementar bastante conhecida, constituindo-se de C, H, O, N, P, S, que fazem parte das unidades estruturais dos tecidos, como as proteínas, celulose, hemicelulose, amido, pectina, lignina e lipídeos. Apesar das espécies vegetais conterem, em geral, os mesmos grupos de substâncias, a proporção é muito variada, o que influi consideravelmente na velocidade de humificação. Tem sido estabelecido que os resíduos vegetais humificam-se tanto mais rápido quanto maior o conteúdo de componentes de fácil decomposição (carboidratos e proteínas) e quanto menos componentes estáveis contenham (em especial a lignina) (Kononova, 1982).

## 2.4.2 Métodos de estudos da MOS

A MOS é um conjunto heterogêneo de materiais orgânicos diferindo na composição química, no grau de disponibilidade para a microbiota e também em sua função no ambiente (Carter, 2001). Muitos estudos da MOS tem como base o fracionamento desta, seja pelo emprego de extratores químicos ou por métodos físicos (Stevenson & Elliott, 1989). As diferentes formas de fracionamento utilizadas nos estudos da MOS tentam reduzir a heterogeneidade das frações húmicas, procurando separar frações homogêneas quanto à natureza, dinâmica e função, mas ao mesmo tempo, que sejam suficientemente diferentes entre si (Christensen, 2000). A escolha do método de fracionamento depende da natureza do estudo, ou seja: caracterização e identificação química de componentes específicos da MOS, ou para a quantificação ou descrição dos compartimentos da MOS (Collins et al., 1997). A combinação da separação física seguida da extração química tem sido usada com algum sucesso para elucidar a dinâmica da MOS no solo (Cambardella & Elliott, 1992).

## 2.4.3 Fracionamento químico

Nos últimos anos consideráveis progressos têm sido feitos no desenvolvimento de métodos eficientes de extração, fracionamento e purificação das substâncias húmicas. O extrator ideal ainda não foi desenvolvido, porém os métodos de extração têm-se tornado cada vez mais específicos (Schnitzer, 1991).

De acordo com Stevenson (1982, 1994) e Feller (1997), o método de extração ideal deve atender as seguintes características:

- O extrator deve remover quantitativamente todas as substâncias húmicas do solo sem alterar suas propriedades físicas e químicas;
- As substâncias húmicas extraídas devem ser livres de contaminantes inorgânicos, como argilas e cátions polivalentes;
- O método de extração deve ser universalmente aplicado a todos os solos; e deve
- Separar as substâncias húmicas e não húmicas.

O fracionamento químico da MOS consiste na extração de substâncias húmicas do solo e obtenção de três principais frações (ácidos fúlvicos, húmicos e humina). As substâncias húmicas são constituídas de uma série de compostos de coloração escura, de elevado peso molecular, separadas com base em características de solubilidade. São classificadas em: humina – fração insolúvel em meio alcalino; ácidos húmicos – fração escura extraída em meio alcalino (NaOH e  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ) e insolúvel em meio ácido diluído; ácidos fúlvicos – fração colorida alcalino-solúvel que se mantém em solução após a remoção dos ácidos húmicos por acidificação. Alguns autores consideram ainda os ácidos himatomelânicos – fração solúvel em álcool dos ácidos húmicos (Stevenson, 1994). Embora a descrição das estruturas moleculares dessas frações ainda encontre-se em estágio de definição, sabe-se que são compostas por estruturas aromáticas e cadeias alifáticas, de peso molecular variável e de composição química complexa (Schnitzer, 1991), apresentando-se mais estáveis que a fração leve da MOS à degradação química e biológica.

As propriedades químicas das substâncias húmicas são, freqüentemente, investigadas após o fracionamento da matéria orgânica. Existem fortes evidências que a estrutura química e as propriedades da fração humina são similares as dos ácidos húmicos, e que sua insolubilidade pode ser devida a forte interação com os constituintes inorgânicos do solo e com a água. Dados obtidos até o momento sugerem que as três frações são similares estruturalmente, porém diferem quanto ao peso molecular e ao conteúdo de grupos funcionais (Schnitzer, 1972, Catroux, 1987). A elevada quantidade de grupamentos carboxílicos e fenólicos resulta na acidez significativa das substâncias húmicas (Sposito, 1989).



Tem sido amplamente aceito que os ácidos húmico e fúlvico contribuem com um saldo de cargas negativas nos solos, já que os grupamentos carboxílicos e fenólicos são responsáveis por 80 a 90% das cargas negativas do húmus. Essas cargas negativas nas superfícies dos colóides orgânicos conferem-lhes características de troca catiônica muito superiores àquelas geradas pela fração mineral de elevada CTC, como as argilas 2:1 (Sposito, 1989). Além disso, possibilitam a formação de complexos organo-minerais e organo-metálicos, agregados estáveis e a adsorção de pesticidas e herbicidas (Stevenson, 1982). Os ácidos húmicos e fúlvicos apresentam carga líquida negativa, devido à maioria dos grupamentos funcionais das substâncias húmicas dissociarem-se entre valores de pH 5 e 7.

A eficiência de extratores orgânicos e inorgânicos tem sido avaliada por muitos anos (Schnitzer et al, 1959; Stevenson, 1965; Tan 1982). Alguns dos extratores inorgânicos, mais comumente utilizados são:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ;  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{NaF}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaOH}$ . Dos reagentes listados, o  $\text{NaOH}$  e o  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  são os mais empregados na extração das substâncias húmicas.

Introduzido pela primeira vez em 1919 por Oden, o  $\text{NaOH}$  parece ser o mais efetivo na extração dos ácidos húmicos sendo este reagente recomendado pela Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas (IHSS). Porém, o uso de soluções alcalinas tem sido criticado por modificar as propriedades físicas e/ou químicas das substâncias extraídas (Flaig et al, 1975). Acredita-se, que o  $\text{NaOH}$  pode induzir a autooxidação dos ácidos húmicos durante a extração, por esta razão, sugere-se que a extração com  $\text{NaOH}$  seja conduzida sob atmosfera com gás nitrogênio (Schnitzer, 1972). A extração sob atmosfera de gás  $\text{N}_2$  evita também que haja a dissociação do  $\text{CO}_2$  na solução (na forma  $\text{HCO}_3^-$ ), podendo afetar o teor final de carbono das substâncias húmicas e principalmente a relação isotópica. Por outro lado, Bremner (1950) relatou que o uso de atmosfera com gás  $\text{N}_2$  não apresentou efeito significativo na extração dos ácidos húmicos. Esta conclusão foi corroborada por Tan et al. (1991), que em seus estudos não encontraram diferença nas propriedades químicas e espectrais dos ácidos húmicos extraídos pelo método do  $\text{NaOH}$  sob  $\text{O}_2$  ou sob atmosfera de  $\text{N}_2$ .

O pirofosfato de sódio ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ), embora não tão efetivo quanto o  $\text{NaOH}$ , é usado freqüentemente para extração do material húmico do solo com elevado conteúdo de óxidos (Kononova, 1961). As maiores quantidades de substâncias húmicas são extraídas pela mistura de  $\text{NaOH}$  e  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  com pH cerca de 13 (Kononova, 1961). De acordo com o autor, é um método de rápida determinação (10-12 horas) e também exclui o prolongado processo de descalcificação prévio a extração.

Segundo Kononova (1961), um pré-tratamento do solo com ácidos diluídos libera as substâncias húmicas associadas aos íons metálicos, oxi-hidróxidos e minerais silicatados hidratados, levando ao aumento da dissolução dos materiais húmicos, principalmente os ácidos fúlvicos.

A verdadeira lacuna desse esquema de fracionamento é a falta de relação com os processos de dinâmica da MOS.

#### **2.4.4 Fracionamento físico**

O conceito do fracionamento físico enfatiza o papel das frações minerais na estabilização e transformação da MOS (Christensen, 1992). Recentes estudos têm demonstrado que o fracionamento físico demonstra mais diretamente a dinâmica da MOS *in situ* do que o clássico fracionamento químico da MOS (Oades, 1989, 1993; Elliott & Cambardella, 1991; Christensen, 1992, 1996; Cambardella & Elliott, 1992). O termo fracionamento físico abrange uma série de diferentes métodos, cada um designado para um propósito específico.

O fracionamento físico envolve a separação densimétrica e granulométrica e várias etapas de dispersão do solo. O método densimétrico baseia-se na diferença de densidade entre

a fração orgânica e a mineral. A densidade dos minerais do solo geralmente excede  $2 \text{ g cm}^{-3}$ , enquanto a de compostos orgânicos é menor que  $1,5 \text{ g cm}^{-3}$  (Gregorich & Ellert, 1993, Gavinelli et al., 1995), assim a amostra é submersa em soluções orgânicas ou soluções de sais inorgânicos com uma densidade específica, geralmente entre  $1,6$  a  $2,0 \text{ g cm}^{-3}$ . A flotação em líquidos com alta densidade específica permite, portanto, a separação da MOS em compostos com densidades mais baixas e mais altas do que a da solução utilizada. Tais frações são denominadas, respectivamente, leves e pesadas (Gregorich & Ellert, 1993). A fração leve (FL) corresponde à matéria orgânica não complexada, dividindo-se em: leve livre - separada antes da dispersão dos complexos organo-mineral secundários em complexos organo-mineral primários, e leve oclusa - separada após a dispersão - equivalente a matéria orgânica não complexada e oclusa. A fração pesada corresponde ao complexo organo-mineral primário, de acordo com o modelo de Christensen (1992). Estas frações são caracterizadas a seguir:

#### **a) Fração leve livre (FLL) ou matéria orgânica particulada**

É geralmente considerado um estoque transitório de MOS, constituída por materiais orgânicos derivados principalmente de restos de vegetais, mas contendo quantidades razoáveis de resíduos microbianos e da microfauna, inclusive hifas fúngicas, esporos, fragmentos de raízes e sementes. Também apresenta MOS biologicamente inerte (ex: carvão vegetal). A MOS na FLL possui uma rápida taxa de transformação, relativamente elevada relação C/N em comparação com as frações pesadas, refletindo a influência dominante do "litter" neste estoque de MOS (Christensen, 1996, Freixo et al., 2000).

#### **b) Fração leve intra-agregado (FLI) ou fração oclusa**

Constitui parte da FL que é incorporada e fisicamente estabilizada em macroagregados. Compreende um variado conjunto de compostos orgânicos, incluindo resíduos de plantas, pelets fecais, grãos-de-pólen, pêlos radiculares e estruturas fúngicas, com um tamanho reduzido e um grau de decomposição mais avançado em comparação a FLL (Christensen, 1996).

A FLI apresenta dois mecanismos de proteção: a recalcitrância intrínseca das moléculas e a oclusão dentro dos agregados. Por este motivo esta fração apresenta geralmente um tempo de ciclagem maior que a FLL, que apresenta como proteção apenas à recalcitrância das moléculas, tendendo a ser a mais disponível para a microbiota dentre as demais frações (Christensen, 1996). A FLI pode representar entre 0,1 a 26% da massa total dos horizontes superficiais, armazenando de 1 a 39% de carbono orgânico total (Roscoe & Machado, 2002). A mineralogia do solo e a proteção dessa matéria orgânica em agregados estáveis são fatores responsáveis por essa variação no teor de carbono orgânico total.

#### **c) Fração pesada**

Esta fração é fortemente ligada aos constituintes minerais do solo, formando os complexos organo-minerais primário. É mais humificada do que a fração leve, e apresenta uma elevada densidade (maior que  $2,2 \text{ g cm}^{-3}$ ) devido à sua íntima associação com os minerais do solo.

Segundo Feller & Beare (1997), a fração pesada pode ser diferenciada em três compartimentos principais, utilizando-se métodos de separação granulométrica:

- associada a minerais com tamanho maior que  $50 \mu\text{m}$ , composta de resíduos vegetais em diferentes estágios de decomposição, que apresenta relação C/N de aproximadamente 20;

- associada a partículas de 2-50  $\mu\text{m}$ , denominada complexo organo-siltoso, composta de resíduos vegetais e fúngicos altamente humificados associados com microagregados muito estáveis, com relação C/N de aproximadamente 15;
- ligada a partículas menores que 2  $\mu\text{m}$ , denominada complexo organo-argiloso, onde há predominância de matéria orgânica amorfa, cimentando a matriz argilosa, que apresenta relação C/N de aproximadamente 10.

A FLL representa apenas uma pequena parte da massa total dos solos minerais, mas pode armazenar parte significativa do carbono e nitrogênio totais. Enquanto a massa de solo representada pela FLL varia entre 0,4 a 6,7% do peso, a quantidade de carbono presente nesta fração pode atingir valores superiores a um terço do carbono total na amostra (Christensen, 1996). A FLL é sensível a flutuações de entrada da liteira e apresenta variabilidade espacial e sazonal, especialmente em solos de florestas. As variações sazonais são menos proeminentes em solos cultivados, porém a FLL tem sido considerada como um atributo que reflete as mudanças em diferentes sistemas de cultivo. A perda da FLL associada com o cultivo dos solos virgens, anteriormente sob cobertura de florestas e pastagens deve-se a mineralização e a transferência da MOS para frações que formam complexos com as frações granulométricas silte e argila (Christensen, 1996).

Até o momento, os resultados disponíveis demonstram que o conteúdo da FLL no solo é dinâmico, refletindo mudanças no estoque e no grau de transformação da MOS, que ocorrem num pequeno espaço de tempo, induzidas pelo manejo do solo ou uso da terra. A transformação da FLL é ligada a macroagregação e também aos mecanismos de proteção física (Christensen, 1996).

#### **2.4.5 Uso de traçadores isotópicos**

Os métodos isotópicos têm sido amplamente utilizados para auxiliar na parametrização e validação dos modelos de MOS (Paul & Van Veen, 1978). Quando os isótopos são usados dinamicamente em modelos de simulação da MOS (isto é, com múltiplas medidas), estes são representados por modelos matemáticos de compartimentos separados, operando em paralelo com o C ou o N equivalente, com uma rápida taxa de fluxo (Smith et al., 1996). A utilização de isótopos dessa forma permite que um modelo seja construído por um grande número de informações ou através de simultâneas medidas. Porém, os isótopos podem ser usados para determinar a idade da fração pela simples medida da abundância natural do  $^{14}\text{C}$ , ou através da taxa média de ciclagem do carbono pela troca do carbono antigo pelo distinto carbono novo usando a técnica da abundância natural do  $^{13}\text{C}$  (Cadish & Giller, 1996; Balesdent & Mariotti, 1990).

#### **2.4.6 Estudos com isótopos estáveis**

A abundância natural dos isótopos  $^{13}\text{C}$  e  $^{15}\text{N}$  em materiais biológicos não é fixa (Boutton, 1996; Hopkins et al., 1998). Diferenças, relativamente pequena, ocorrem como consequência do fracionamento isotópico durante a transformação para a forma orgânica e mineral ou pela mudança de fase: é típico o declínio na proporção de isótopos pesados com sucessivas transformações biológicas. O conteúdo de  $^{13}\text{C}$  nas plantas é então 0,4 a 2‰ menor do que o  $\text{CO}_2$  atmosférico devido ao fracionamento na fotossíntese. A MOS é adicionalmente e progressivamente diminuída em  $^{13}\text{C}$  com sucessivas transformações pelos organismos decompositores.

A diferença isotópica entre o material orgânico derivado da vegetação  $\text{C}_3$  e  $\text{C}_4$  é transferida a MOS. A técnica também tem sido usada para examinar a ciclagem da MOS em

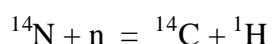
médio prazo em agricultura tropical onde floresta (exibindo o ciclo fotossintético de Calvin, C<sub>3</sub>) tem sido trocada por culturas C<sub>4</sub>, como cana-de-açúcar e muitas gramíneas tropicais (Bonde et al., 1992). Em regiões temperadas, a maioria dos solos agrícolas tem recebido a entrada de material orgânico C<sub>3</sub> e, essa técnica tem sido utilizada para examinar a dinâmica da biomassa e das frações físicas da MOS após introdução de espécies C<sub>4</sub> (Balesdent et al., 1987; Amelung et al., 1999). Essa técnica também têm sido muito utilizada em solos de clima tropical.

#### 2.4.7 Radioisótopos

A datação do radiocarbono é a determinação de idade de materiais que contém carbono (concha, madeira, carvão, etc) pela medida da proporção de radiocarbono (<sup>14</sup>C). Quanto maior a relação <sup>14</sup>C/<sup>12</sup>C mais recente o material. O método tem comumente um alcance máximo de cerca de 30.000 anos e, portanto, permite datar somente os últimos eventos do Quaternário. A idade ao radiocarbono é referida ao ano de 1950, sendo representada do seguinte modo: 6.000 ± 150 anos A.P. (antes do presente). Alguns laboratórios dispõem de meios para concentração prévia do <sup>14</sup>C, o que permite obter idades de cerca de 70.000 anos A.P.

A duplicação de <sup>14</sup>C na atmosfera resultante de explosões nucleares constitui um pulso lábil no ciclo global do C, com C incorporado nas plantas durante esse período significativamente enriqueceu comparado com o passado e ocorrente declíneo na abundância.

Além das substâncias radioativas de meias-vidas longas, tais como o <sup>238</sup>U, <sup>235</sup>U, os quais estão presentes na crosta terrestre desde que os elementos foram formados, existem várias outras espécies radioativas de meias-vidas curtas, que são produzidas continuamente como resultado do bombardeamento da terra com partículas de energia muito altas e denominadas raios cósmicos, os quais se originam fora da atmosfera da terra. O emissor beta <sup>14</sup>C é formado deste modo, cuja meia-vida é igual a 5.568 anos. Os raios cósmicos liberam nêutrons, os quais produzem <sup>14</sup>C na atmosfera da terra de acordo com a seguinte reação:



Os átomos de <sup>14</sup>C, assim formados, são oxidados rapidamente a <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> e entram no ciclo global do carbono.

A idade do <sup>14</sup>C é baseada primariamente assumindo a constância da concentração do <sup>14</sup>C (relacionado ao <sup>12</sup>C) no passado. Entretanto, observam-se variações na razão <sup>14</sup>C/<sup>12</sup>C do dióxido de carbono na atmosfera devido a variações no campo magnético terrestre (Bucha, 1970) e, na atividade solar (Jong et al., 1980). Estas variações foram estudadas e estabelecidas, datando-se amostras de anéis de crescimento de árvores por dendrocronologia (Olsson, 1980). O método do <sup>14</sup>C permite medidas de idade correspondentes a algumas vezes a meia-vida do <sup>14</sup>C.

Outro aspecto importante a ser considerado na determinação da idade do <sup>14</sup>C convencional é a correção por fracionamento isotópico. Ao absorverem o CO<sub>2</sub> atmosférico para realizar o processo de fotossíntese, as plantas o fazem de forma discriminatória em relação aos isótopos de <sup>12</sup>C e <sup>13</sup>C, o que introduz erros na idade <sup>14</sup>C (Stuiver et al., 1977).

A datação do <sup>14</sup>C é um assunto bastante controverso e os resultados são de difícil interpretação. Uma das principais causas desta dificuldade relaciona-se à complexidade da gênese do solo, que é um processo contínuo de entrada e de decomposição de substâncias orgânicas nos horizontes, o que normalmente exclui a possibilidade de uma datação absoluta. Outra dificuldade é a contaminação das amostras com fragmentos de raízes, ácidos orgânicos, microorganismos e com a fauna do solo, resultando no rejuvenescimento das idades obtidas.

O isótopo  $^{14}\text{C}$  tem sido utilizado para traçar o destino do carbono dos substratos orgânicos e inorgânicos em biomassa microbiana (Ladd et al., 1995) e frações físicas da MOS (Magid et al., 1996).

A abundância natural do  $^{14}\text{C}$  na atmosfera é extremamente baixa mas bem definida. Sendo radioativo, o declínio na atividade de  $^{14}\text{C}$  pode ser usado para determinar a idade de materiais orgânicos (isto é, anos após a fixação fotossintética). É uma técnica cara, e tem sido usada para quantificar o compartimento de menor ciclagem como o material orgânico inerte no modelo RothC (idade média é 50 000 anos) e o compartimento passivo no modelo CENTURY (idade média de 400 a 2000 anos) (Jenkinson & Coleman, 1994; Paul et al., 1997).

#### 2.4.8 Espectroscopia de infravermelho

É necessário que se tenha à disposição técnicas que permitam medir a homogeneidade das frações representadas nos modelos de MOS, para verificar sua consistência e variação em reatividade.

A ressonância magnética nuclear (RMN) e o infravermelho são técnicas espectroscópicas que atendem a esse critério e vêm sendo amplamente empregadas nos estudos com MOS (Baldock et al., 1992; Skjemstad et al., 1998; Sohi, 2001; Bayer et al., 2000, 2002). Embora sejam limitadas para interpretações quantitativas, a posição e a magnitude do pico no espectro refletem a abundância relativa de grupos funcionais ou ligações químicas. Essas informações podem indicar a recalcitrância química da amostra e então, a sua susceptibilidade à decomposição microbiana (Baldock et al., 1992; Skjemstad et al., 1998).

A espectroscopia de infravermelho (IV) é uma técnica simples e acessível em vários laboratórios, sendo uma ferramenta útil nos estudos envolvendo MOS. A técnica de transformada de Fourier produz espectros interpretáveis e essa técnica é geralmente referida como FTIR (Fourier Transform Infra-Red) espectroscopia. A maior limitação da técnica é que requer uma considerável concentração de matéria orgânica na amostra, por essa razão é mais aplicada em amostras de solo com elevado teor de matéria orgânica ou em extratos da MOS (Niemeyer et al., 1992).

A espectroscopia de IV baseia-se na propriedade vibratória inerente aos átomos de uma molécula. Cada molécula responde de forma diferente a radiação, o que proporciona diferentes bandas de absorção no espectro IV. Os espectros de IV fornecem informações sobre a estrutura dos grupos funcionais presentes na MOS bem como sobre a natureza de suas ligações químicas e sua reatividade (Stevenson, 1994; Jonhston & Aochi, 1996).

A energia contida em cada molécula consiste em quatro tipos distintos: energia eletrônica, energia de translação, energia de rotação e de vibração. Diferentes comprimentos de onda (?) da radiação IV podem ser absorvidos nos níveis de energia de rotação e vibração, dependendo das características das ligações. Existem dois tipos de vibrações moleculares:

- a) Estiramentos axiais (?): movimento de expansão e contração ao longo do eixo de uma ligação, que podem ser simétricos ou assimétricos.
- b) Deformações angulares (d): variações do ângulo de ligação entre os átomos.

A espectroscopia de IV tem sido usada para a caracterização da MOS, principalmente com o avanço de técnicas não dispersivas, como espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). A energia de infravermelho é utilizada mais eficientemente com essa técnica, o que permite alta sensibilidade na análise e a obtenção de espectros de alta resolução, com baixa relação sinal/ruído (Griffiths, 1983; White & Roth, 1986). Apesar de ser mais utilizada na análise qualitativa da MOS, a técnica de IV pode ser aplicada à análise semiquantitativa de alguns grupamentos funcionais, principalmente os oxigenados. Capriel

(1997) determinou a hidrofobicidade de ácidos húmicos, a partir de um índice que consistiu na integração da área de banda correspondente aos grupamentos alifáticos (C-H).

Jonhston et al. (1994) encontraram forte correlação entre os espectros de IV obtidos e certas propriedades da MOS, tais como a acidez total, relações oxigênio: carbono (O:C) e hidrogênio: oxigênio (H: O) e aromaticidade.

Skjemstad et al. (1986) estudaram a influência do manejo sobre a característica dos diversos compartimentos da MOS, utilizando a ressonância magnética nuclear e o infravermelho. Esses autores observaram que a fração leve não diferiu qualitativamente entre os solos sob vegetação natural e sob cultivo, mas que houve diferença entre a fração leve livre (FLL) e intra-agregado (FLI), sendo que esta última apresentava-se mais humificada. Wander & Traina (1996) utilizando a espectroscopia de IV estabeleceram uma ordem de reatividade para os diversos compartimentos da MOS e identificaram mudanças na reatividade da fração leve, decorrentes dos distintos sistemas de rotação de culturas.

Em estudo realizado por Freixo (2000), comparando a FLL com a FLI sob diferentes sistemas de cultivo utilizando espectroscopia de IV, a autora observou que havia um maior grau de humificação da FLI em relação a FLL.

Encontram-se na Tabela 1 as principais regiões observadas no espectro de IV envolvendo estudos com MOS. Tais atribuições são baseadas nas análises de Baes e Bloom (1989), Niemeyer et al. (1992), Stevenson (1994).

**Tabela 1:** Bandas de absorção no infravermelho mais observadas nos estudos da MOS.

Região em $\text{cm}^{-1}$	Principais atribuições
3400-3300	? O-H (H ligados a grupos OH), estiramento N-H
3380	? O-H de OH fenólico
3077-3030	? simétrico C-H de anel aromático
2960-2840	? assimétrico C-H alifático
2750-2400	? de grupos COOH não ionizados
1725-1720	? C=O de - COOH e cetonas
1660-1630	? C=O de amida, quinona e C=O conjugado, ? C=C aromático e/ou ? assimétrico-COO
1620-1600	d assimétrica N-H
1590-1517	? simétrico COO <sup>-</sup>
1460-1450	d assimétrica C-H alifático
1400-1390	d OH e ? OH fenólico, d simétrica C-H de grupos CH <sub>2</sub> e CH <sub>3</sub> , ? assimétrico COOH
1280-1200	? assimétrico C-O e d OH de COOH
1170-1000	? C-O de polissacarídeos

## 2.5 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.5.1 Localização e histórico da área experimental

O trabalho foi conduzido numa área experimental pertencente a LAGRISA (Linhares Agrícola S/A), no município de Linhares (paralelos 19°06' e 19°18' latitude sul e meridianos 39°43'e 40°19' longitude oeste GW e altitude 30 metros), compreendida pela zona fisiográfica denominada Baixo Rio Doce, no Estado do Espírito Santo (EMBRAPA/ SNLCS, 1979). O solo foi classificado como Argissolo Amarelo Distrófico A moderado textura arenosa/média relevo plano floresta subperenifólia.

O experimento foi instalado em 28/05/1989 visando um estudo de longa duração dos sistemas de corte da cana-de-açúcar. Para tal estudo, foi feito o plantio da variedade RB 739735 (no espaçamento de 1,2 m entre linhas), a qual apresenta porte ereto e fácil despalha, características que facilitam o corte da cana sem queimar. A adubação no plantio foi de 125 kg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 85 kg de K<sub>2</sub>O e 500 kg de calcário dolomítico aplicados no sulco. Nos anos seguintes (1990-2003), após as colheitas, foi feita a adubação das soqueiras com 400 kg de adubo formulado 25-00-20, aplicado na entre linha.

### 2.5.2 Tratamentos e delineamento experimental

A área experimental possui 12 faixas, com uma distância de 2 m entre elas. Cada faixa tem 13,2 m de largura e 95 m de comprimento (1254 m<sup>2</sup> de área), com 12 linhas de cultivo (Figura 1). As faixas foram planejadas nestas dimensões de forma que as avaliações de parâmetros como produção, eficiência de corte e outros índices de custo de produção simulassem uma situação real de produção da cana-de-açúcar em grande escala. Os tratamentos avaliados são: a) corte da cana após queima do palhiço (cana com queima) e b) corte da cana sem queima do palhiço e com distribuição das folhas da cana e da ponta na superfície do solo (cana sem queima) (Figura 2). Também foram coletadas amostras de solo numa área de vegetação nativa, adjacente à área experimental. O delineamento experimental utilizado é o de blocos ao acaso, com cinco repetições para cada tratamento dos sistemas de colheita da cana-de-açúcar.

No momento da colheita da cana retiram-se as bordaduras e faz-se o acero para evitar que ocorra a queima da palhada no sistema cana crua. Têm-se também a disposição carros-pipa para evitar a queima no experimento cana crua. A colheita da cana-de-açúcar, desde 1989, foi realizada manualmente, sem a utilização de maquinários. O canavial não foi renovado desde a implantação do experimento (1989).

Em novembro de 2003, foram abertas trincheiras de 1,0 x 1,20 x 1,20m sob cada tratamento. Amostras de terra foram coletadas das quatro paredes de cada trincheira, nas profundidades: 0-5, 5-10, 10-20, 20-30, 30-40, 40-60, 60-80 e 80-100cm. Todas as amostras foram acondicionadas em sacos plásticos e transportadas para o Laboratório de Solos e Nitrogênio da Embrapa Agrobiologia, onde foram secas ao ar, moídas e passadas em peneira de 2,0 mm (terra fina seca ao ar - TFSA) para posterior execução das análises.

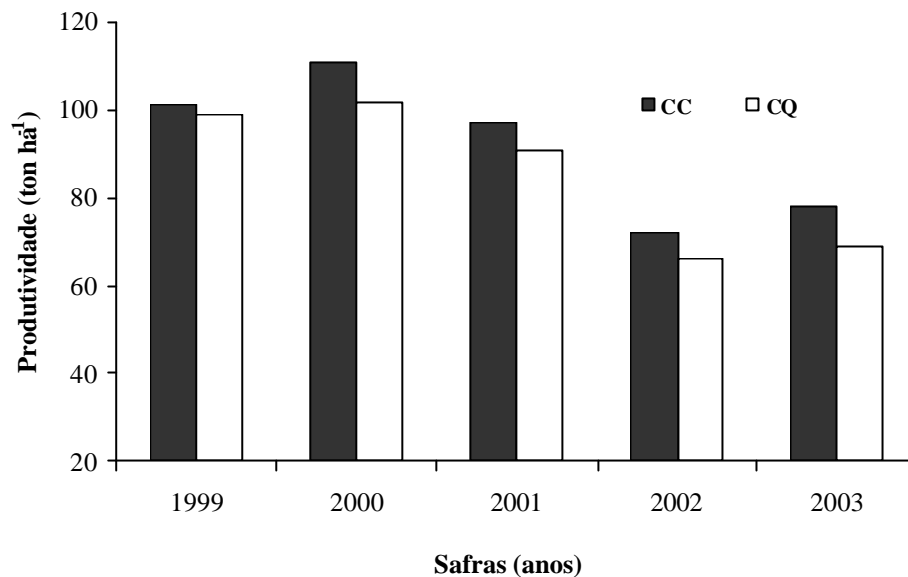


**Figura 1.** Visão geral da área experimental no momento da colheita da cana-de-açúcar, na Usina LAGRISA, em Linhares (ES).



**Figura 2.** Queima do canavial antes da colheita. No plano inferior, observa-se a palhada sob o solo no sistema de colheita sem a queima da cana-de-açúcar.





**Figura 3.** Produtividade da cana-de-açúcar sob os sistemas de colheita cana sem queima (CC) e cana com queima (CQ) em Linhares, ES. Fonte: Lima (dados não publicados).

### 2.5.3 Caracterização das propriedades químicas e físicas do solo

As propriedades químicas do solo foram analisadas segundo metodologia proposta pela Embrapa (1997).

Anéis de metal com volume interno de 50 cm<sup>3</sup> (anéis de Kopecky) foram cuidadosamente inseridos, sem compactação, em cada profundidade do solo amostrada (nas quatro paredes do perfil) e, após a retirada do excesso de solo externamente aos anéis, foi transferido o conteúdo para saco plástico, sendo este transportado para o Laboratório da Embrapa Agrobiologia. No laboratório, as amostras foram colocadas em estufa a 105°C, por 48 horas. A análise granulométrica foi efetuada pelo método da pipeta.

### 2.5.4 Determinação de carbono e nitrogênio totais e $\delta^{13}\text{C}$

As amostras de terra foram finamente moídas (< 250  $\mu\text{m}$ ) em moinho de rolagem até a pulverização (Smith & Myung, 1990). Para a determinação do C, N e da abundância isotópica de  $^{13}\text{C}$ , foi pesada uma alíquota contendo aproximadamente 30 mg de solo finamente moída.

A determinação do carbono foi feita por combustão total com auxílio de um analisador CHN, Leco. Para a determinação do nitrogênio utilizou-se a digestão de Kjeldahl, conforme descrito por Alves et al. (1994).

A relação isotópica do carbono nas amostras finamente moídas de solo e da palhada foi determinada através do  $\text{CO}_2$  obtido por combustão sob atmosfera em oxigênio a 900°C. O gás foi então purificado e analisado num espectrômetro de massas (Finnigan Matt Modelo Delta Plus) acoplado a um analisador automático de C, H e N marca Carlo Erba EA-1108 – Finnigan MAT, Bremen, Alemanha.

### 2.5.5 Estoque de carbono e nitrogênio no solo

O estoque de carbono do solo foi determinado associando-se o teor de C e N orgânico encontrado nas diferentes profundidades com a sua respectiva densidade do solo. No entanto, em todo sistema agrícola, a movimentação do solo e o tráfego de máquinas nas etapas de

preparo do solo, tratos culturais e/ou colheita, provocam uma compactação das camadas mais superficiais. Assim, seguindo recomendação sugerida por diversos autores (Veldkamp, 1994; Neill, 1997; Sisti et al., 2004) para comparar estoques de nutrientes no solo sob sistemas agrícolas e/ou vegetação natural, as camadas de solo a serem comparadas devem possuir a mesma massa do solo do tratamento empregado como referência. O processo de ajuste da massa de solo foi de camada a camada seguindo a diferença entre a densidade do solo de cada camada. O estoque de carbono pode ser calculado utilizando a seguinte equação matemática:

$$C_s = \sum_{i=1}^{n-1} C_{Ti} + \left[ M_{Tn} - \left( \sum_{i=1}^n M_{Ti} - \sum_{i=1}^n M_{Si} \right) \right] C_{Tn}$$

$C_s$  = estoque de carbono (Mg C ha<sup>-1</sup>).

$C_{Ti}$  = Soma do conteúdo total de C da camada 1 (superfície) à camada n-1 (penúltima) do perfil correspondente ao tratamento.

$M_{Tn}$  = massa do solo na última camada do perfil do tratamento.

$M_{Ti}$  = soma da massa do solo (Mg ha<sup>-1</sup>) da camada 1 à camada n (maior profundidade.) do perfil do tratamento.

$M_{Si}$  = soma da massa de solo da camada 1 à camada n (maior profundidade.) no perfil de referência

$C_{Tn}$  = concentração de carbono (Mg de C Mg de solo) na camada mais profunda no perfil de tratamento.

### 2.5.6 Determinação da origem do carbono no solo

A vegetação nativa da região apresenta predominância de plantas de ciclo fotossintético C<sub>3</sub> (-27‰). Este valor difere de plantas de ciclo fotossintético C<sub>4</sub>, como a cana-de-açúcar (-13‰). A proporção do carbono proveniente da vegetação atual (cana-de-açúcar) e da vegetação anterior (mata) foi determinada de acordo com a equação:

$$X = \frac{d^{13}C_{\text{mistura}} - d^{13}C_4}{d^{13}C_3 - d^{13}C_4} \times 100$$

$d^{13}C_{\text{mistura}}$  – composição isotópica do carbono do solo sob atividade agrícola. Reflete a mistura do carbono oriundo da vegetação nativa (plantas C<sub>3</sub>) e do carbono incorporado pelo cultivo agrícola (C<sub>4</sub>);

$d^{13}C_3$  - composição isotópica do carbono da MOS derivado da vegetação nativa (C<sub>3</sub>);

$d^{13}C_4$  - composição isotópica do carbono oriundo dos resíduos da cultura da cana-de-açúcar (C<sub>4</sub>);

X = contribuição percentual de carbono derivado de resíduos de plantas C<sub>3</sub> (carbono original do solo) em relação à mistura de carbono derivado de plantas C<sub>3</sub> e C<sub>4</sub>;

100-X = contribuição (%) de carbono derivado de resíduos de plantas C<sub>4</sub>, que influenciaram a composição isotópica do carbono total do solo.

PDB é uma rocha calcárea utilizada como padrão. Todos os valores de  $d^{13}C$  são expressos em  $d^{13}CPDB$  (‰).

### 2.5.7 Extração e fracionamento das substâncias húmicas do solo

O fracionamento das substâncias húmicas do solo foi realizado de acordo com a metodologia proposta pela Sociedade Internacioanal de Substâncias Húmicas (IHSS)

modificada por Benites et al. (2003), visando à quantificação das frações húmicas por meio de um procedimento simplificado e de fácil execução.

### 2.5.8 Fracionamento físico da MOS

Para a avaliação das frações leve da MOS foi feito o fracionamento físico por densidade nas amostras de solo coletadas nas profundidades: 0-5, 5-10, 10-20, 20-30 e 30-40cm em cada tratamento, com 5 repetições. Foram fracionadas, obtendo-se como produto duas frações da MOS: frações leves (livre e intra-agregado) (Figura 4). Essas frações foram secas em estufa a 55° C, pesadas e moídas finamente (< 250 µm) em moinhos de rolagem (Smith & Myung, 1990). Nas frações foram analisados o conteúdo de carbono e nitrogênio orgânico e a abundância natural de <sup>13</sup>C (δ<sup>13</sup>C).

Para a obtenção das frações leves da MOS, foi realizada a metodologia proposta por Sohi et al. (2001), inclusive utilizando a mesma energia aplicada no ultra-som (400 J ml<sup>-1</sup>) e densidade de NaI proposta pelo autor (1,8 g cm<sup>-3</sup>).

Inicialmente, uma pequena alíquota de TFSA foi transferida para um recipiente, para determinar seu teor de umidade. Em seguida, pesou-se 5g de TFSA em frascos de centrífuga de 50 ml e adicionou-se 35mL de iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup>. Os frascos foram agitados manualmente por 30 segundos, com energia suficiente para que as frações orgânicas menos densas atingissem a superfície da solução. Depois, as amostras foram centrifugadas a 18000 rpm por 15 minutos, sob uma temperatura de 18° C, a fim de sedimentar as partículas minerais do solo no fundo do frasco. A fração orgânica sobrenadante presente na solução (fração leve livre) foi succionada juntamente com a solução de NaI (d = 1,8 g cm<sup>-3</sup>), imediatamente separada por filtração a vácuo (Sistema Asséptico Sterifil, 47 mm – Millipore) com filtros de fibra de vidro (47 mm de diâmetro; 2 microns – Whatman tipo GF/A), previamente pesados.

As frações coletadas foram cuidadosamente lavadas com água destilada visando eliminar o excesso de NaI presente na fração e no filtro (Figura 5). A fração orgânica juntamente com o filtro, foi posteriormente seca a 65° C, pesada e finamente moída (< 0,15 mm) num moinho de rolagem (Smith & Myung, 1990) para posterior análise. Foram obtidas três repetições de laboratório para cada densidade, sendo estas combinadas em uma única amostra.



**Figura 4.** Detalhe da fração leve intra-agregado (esquerda) e da fração leve livre.

Após a remoção da fração leve livre (FLL), foi extraída a fração leve intra-agregado ou oclusa (FLI), aplicando-se ultra-som (Modelo Branson Sonifier, 250 W) por 3 minutos (Figura 4) com pulsações de intervalo de um segundo, a uma energia de 400 J ml<sup>-1</sup> na solução de NaI e no solo restante no tubo da centrífuga, em banho de gelo, de modo a evitar uma

brusca elevação da temperatura. A energia não foi determinada calorimetricamente, conforme proposto por North (1976). Mas, essa energia aplicada no ultra-som está na faixa de energia utilizada para solos de textura arenosa (Gregorich, 1988).

Após o tratamento com ultra-som (Figura 5), as amostras foram novamente centrifugadas a 18000 rpm por 15 minutos, sendo a fração leve intra-agregado coletada em filtros, seca, pesada e moída, conforme já descrito para a fração leve livre. Foram obtidas três repetições de laboratório para cada fração, sendo estas combinadas em uma única amostra, para determinação de carbono e nitrogênio totais por via seca.



**Figura 5.** Detalhe da amostra no ultra-som (figura à esquerda). E, após a sonificação a fração orgânica sobrenadante é succionada por filtração a vácuo.

### 2.5.9 Caracterização espectroscópica das frações leves

Os diferentes grupos funcionais de carbono foram identificados pela técnica de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), conforme as bandas de absorção de infravermelho descritas por Colthup et al. (1964), Silverstein (1994) e Stevenson (1994).

As medidas foram efetuadas utilizando-se 1 mg das frações leves da camada de 0 a 5 cm do solo em 100 mg de KBr sólido. Os espectros foram obtidos por aparelho Perkin- Elmer 1420, na faixa de espectro de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ , com três repetições. A caracterização das frações leves por infravermelho foi realizada pela análise das principais bandas de absorção encontradas no espectro.

### 2.5.10 Análise estatística

Os procedimentos estatísticos foram realizados com o auxílio do Sistema para Análises Estatísticas e Genéricas (SAEG), versão 5.0 (Euclides, 1983). As análises constaram do teste da normalidade e da análise da variância, aplicando-se o teste F para testar a significância. Para as variáveis cujo teste F foi significativo foram comparadas às médias com o Teste T. Também foi realizada a análise de correlação entre o carbono e nitrogênio e estes com as frações orgânicas pelo teste de Pearson ( $P < 0,01$ ).

## 2.6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 2.6.1 Propriedades físicas

As análises granulométricas do solo sob cobertura de mata e cana-de-açúcar foram semelhantes, arenosa nos primeiros 20 cm de profundidade. A mudança textural, esperada em Argissolos, ocorreu em 20 cm de profundidade no perfil de solo sob mata e, em 30 cm no perfil sob cana-de-açúcar (Tabela 2). No entanto, observa-se que, em profundidade, o solo sob mata apresenta uma textura argilosa (41% de argila), enquanto o solo sob cana-de-açúcar possui uma textura média (28% de argila). Isso significa que, apesar de pertencerem a mesma classe de solo (Argissolo Amarelo), são solos que apresentam texturas diferentes não podendo se utilizar a mata como uma área de referência, pelo critério textura do solo.

**Tabela 2.** Análise granulométrica do solo sob mata e cana-de-açúcar em Linhares (ES).

Cobertura do solo	Profundidade (cm)	Areia (g kg <sup>-1</sup> )	Argila (g kg <sup>-1</sup> )	Silte (g kg <sup>-1</sup> )
Mata	0-5	870	110	20
	5-10	850	140	10
	10-20	790	180	30
	20-30	660	260	80
	30-40	610	330	50
	40-60	590	310	100
	60-80	560	380	60
	80-100	530	410	60
Cana-de-açúcar	0-5	890	100	10
	5-10	890	110	10
	10-20	890	100	10
	20-30	880	120	0
	30-40	800	200	0
	40-60	760	210	40
	60-80	750	230	20
	80-100	700	280	20

Com relação à densidade do solo, o sistema de colheita com queima da cana apresentou densidade do solo, da camada mais superficial (1,43 g cm<sup>-3</sup>), diferente do sistema de manejo sem a queima (1,36 g cm<sup>-3</sup>), sugerindo um processo de compactação superficial do solo. A área sob mata apresentou nessa mesma profundidade valor inferior (1,30 g cm<sup>-3</sup>) comparada ao sistema sem a queima da palhada (Figura 6).

Esses resultados estão de acordo com os apresentados por Ceddia (1998), podendo-se deduzir que a preservação da cobertura vegetal favoreceu a formação dos agregados do solo devido a maior disponibilidade de matéria orgânica, resultando na diminuição da densidade do solo. Além do fato da superfície do solo no tratamento cana com queima ficar exposta ao impacto das gotas de chuva, podendo também estar influenciando no aumento da densidade do solo. Segundo Cassol e Lal (1992), a perda de matéria orgânica em áreas recentemente exploradas favorece a compactação, sendo que, em solos tropicais, a maior causa deste

processo é a forma do manejo das terras. Os resultados são semelhantes com os obtidos por Campos (2003) numa área experimental sob o cultivo de cana-de-açúcar, pertencente à Usina ALCON S.A. no município de Conceição da Barra (norte do ES).

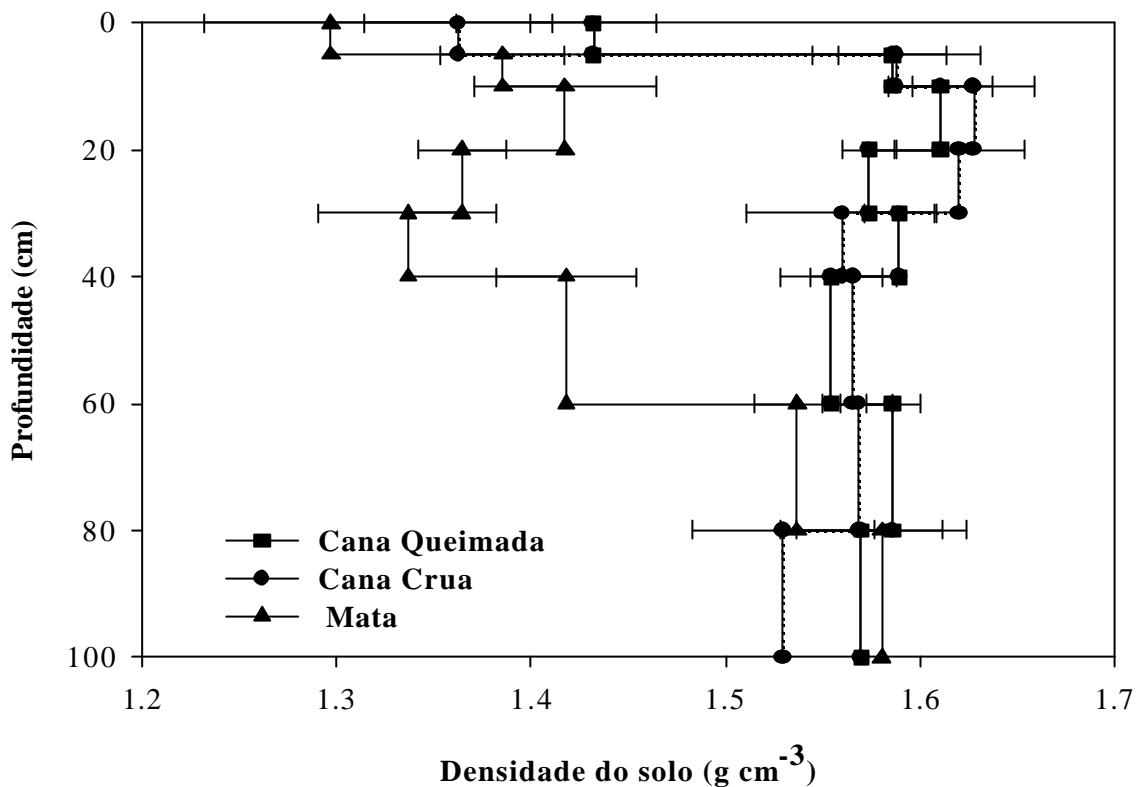
Os valores da densidade do solo são, praticamente em todas as camadas estudadas, superiores a  $1,30 \text{ g cm}^{-3}$  de solo, confirmando os trabalhos apresentados por Anjos (1985), Fonseca (1986) e Resende (2000) no qual constataram densidades do solo, nos solos de tabuleiros costeiros, relativamente elevadas. Por outro lado, ao se fazer uma estimativa do volume total de poros (VTP), pode-se verificar que, um solo com densidade de  $1,30 \text{ g cm}^{-3}$  apresentou uma VTP de 50%, o que não é considerado indesejável para solos de textura arenosa.

Para comparar a influência do manejo com uma área de referência é preciso que estes estejam sob o mesmo tipo de solo e que possuam a mesma origem. A técnica da abundância natural de  $d^{13}\text{C}$  e a textura do solo são parâmetros importantíssimos para poder definir se os sistemas que se está avaliando e comparando tratam-se de um mesmo solo com a mesma vegetação no passado. Infelizmente, a maioria dos trabalhos não leva esse critério em consideração, podendo-se verificar vários trabalhos comparando áreas provenientes de diferentes tipos de solo (com diferentes texturas) e origens.

Foi feita uma análise preliminar da área sob vegetação nativa e da área sob o experimento cana crua e cana queimada, de modo a verificar se essas áreas são homogêneas quanto à textura, densidade do solo e origem do carbono.

Com relação a origem do carbono do solo, na área sob mata foram encontrados sinais característicos de plantas de ciclo fotossintético  $\text{C}_3$  ao longo do perfil, com valores de  $d^{13}\text{C}$  de  $-27,3 \text{ ‰}$  (0-5 cm), com um ligeiro aumento ocorrendo em profundidade, até o valor de  $d^{13}\text{C}$  de  $-26,39 \text{ ‰}$ , na camada 80-100 cm (Anexo 1). Pode-se observar então, uma diferença de aproximadamente  $-2 \text{ ‰}$  abaixo de 30 cm de profundidade, em relação ao observado nos sistemas de colheita da cana.

Nesse experimento, a utilização do solo coletado sob mata como referência foi comprometida pelos três critérios. Geralmente, as áreas sob mata abandonadas nas usinas pelos agricultores são provenientes de solos de baixa fertilidade e/ou impedimento físico, não sendo estes representativos.



**Figura 6.** Densidade do solo em diferentes profundidades sob diferentes sistemas de corte da cana-de-açúcar, em Linhares (ES). (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).

### 2.6.2 Análise química do solo

Com relação à análise química, os resultados de pH e de alguns nutrientes de importância no solo são apresentados na Tabela 3. Pode-se observar que ao longo do perfil, até 100 cm de profundidade, o sistema de manejo de cana sem queima apresentou maiores quantidades dos cátions Ca + Mg em relação ao sistema de manejo cana queimada. A manutenção da palhada na superfície do solo deve estar contribuindo na adição desses nutrientes no perfil do solo. Por outro lado, o sistema de colheita cana queimada, apresentou os maiores valores de P ao longo do perfil do solo, isto se deve, provavelmente, a queima da palhada da cana disponibilizando rapidamente e concentrando maiores quantidades deste nutriente pouco móvel no solo.

Na área experimental, sob os sistemas de colheita da cana sem queima e com queima da palhada, o pH encontrou-se em torno de 5,0 devido ao efeito da calagem aplicada, neutralizando os teores de alumínio e elevando os teores de cálcio e magnésio no solo.

**Tabela 3.** Análise química do solo sob os sistemas de corte da cana-de-açúcar.

Prof. (cm)	pH		Al (cmol <sub>c</sub> /dm <sup>3</sup> )	
	C.C.	C.Q.	C.C	C.Q.
0-5	5,62	5,70	0,00	0,10
5-10	5,38	5,10	0,24	0,34
10-20	5,34	4,98	0,26	0,40
20-30	5,48	4,92	0,18	0,40
30-40	5,64	5,02	0,18	0,34
40-60	5,70	5,30	0,12	0,24
60-80	5,54	5,22	0,24	0,24
80-100	5,48	4,94	0,24	0,44
Prof. (cm)	P (g/dm <sup>3</sup> )		K(mg/dm <sup>3</sup> )	
	C.C.	C.Q.	C.C	C.Q.
0-5	6,80	9,60	131,40	119,80
5-10	2,80	3,40	56,40	70,60
10-20	2,00	3,00	25,60	54,60
20-30	2,40	3,30	19,00	53,80
30-40	3,20	2,75	19,60	33,40
40-60	1,00	2,06	11,80	15,60
60-80	1,40	1,52	13,20	5,60
80-100	2,80	1,38	7,80	4,80
Prof. (cm)	Ca + Mg (cmol <sub>c</sub> /dm <sup>3</sup> )			
	C.C.	C.Q.		
0-5	3,56	2,08		
5-10	1,32	0,92		
10-20	0,96	0,84		
20-30	1,18	0,84		
30-40	1,24	1,00		
40-60	1,22	1,18		
60-80	1,14	1,04		
80-100	0,90	0,68		

\* Média de 5 repetições. C.C. - cana crua, C.Q. - cana queimada.

### 2.6.3 Conteúdo de carbono e nitrogênio no solo

O efeito do manejo da colheita da cana sobre o conteúdo de carbono orgânico foi evidenciado somente na primeira profundidade (0-5 cm) onde, a cana sem queima da palhada foi estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) a cana com queima da palhada (Figura 7). Estes resultados confirmam os encontrados na literatura, onde o maior aporte de material orgânico no solo e menor revolvimento deste contribuem com maiores quantidades de carbono orgânico no solo (Pinheiro, 2002).

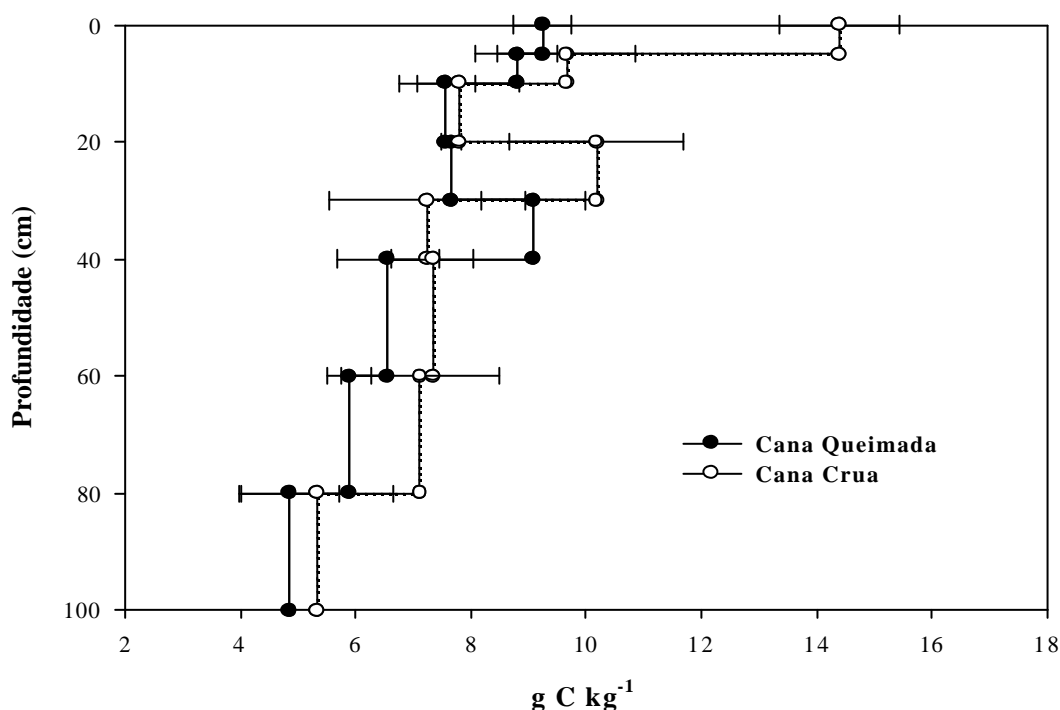
É importante observar que, na camada entre 20-40 cm ocorre um aumento na concentração de carbono para o sistema cana sem queima e cana com queima. Esse comportamento é característico dos solos com horizonte B textural. É justamente nessa camada que se encontra a transição para o horizonte coeso (Tabela 2), tornando-se mais difícil a eluviação do carbono para as camadas inferiores, levando a um acúmulo do carbono nessa camada. Isso pode ser confirmado pelo fato de que a partir de 30 cm de profundidade, não ocorre nenhuma diferença estatística (teste de Tuckey,  $P < 0,05$ ) no teor de carbono orgânico entre as áreas sob o sistema de colheita cana crua e cana queimada. A partir desta profundidade, o efeito do manejo dos sistemas de colheita da cana e o efeito da cobertura da palhada são bem menores. Neste horizonte coeso, o que ocorre é um processo natural de adensamento deste solo e não de compactação como consequência do manejo adotado.



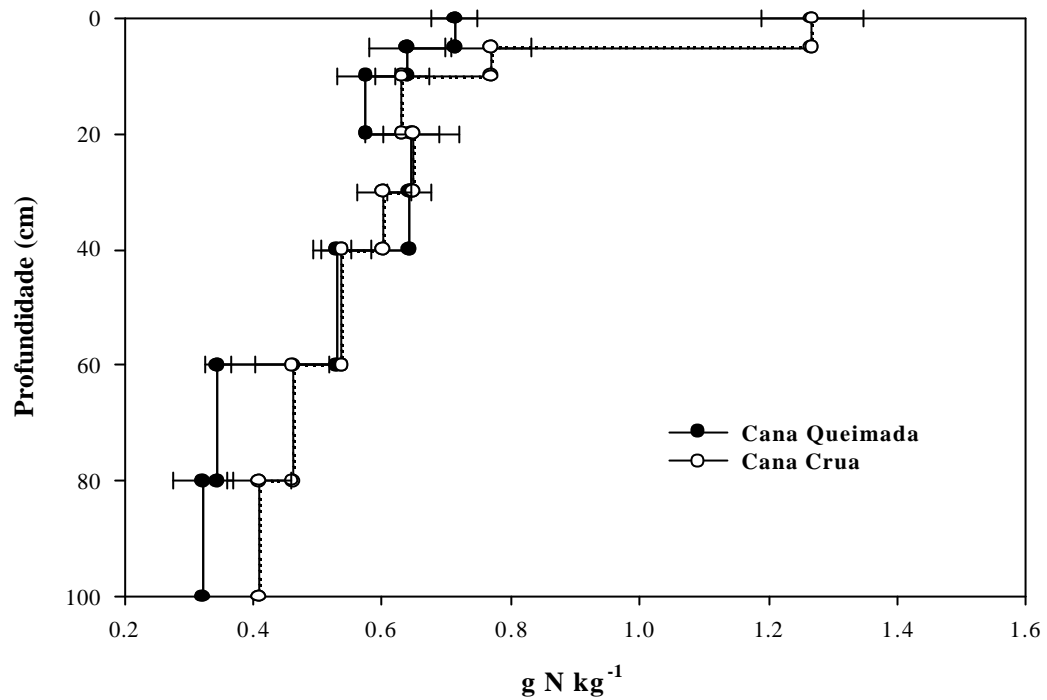
Os resultados de nitrogênio seguiram a mesma tendência do carbono orgânico no solo, haja vista a relação C:N, a qual não houve diferença estatística significativa entre os tratamentos. O efeito dos sistemas de colheita da cana sob os teores de nitrogênio orgânico no solo também foi mais evidente nas duas primeiras profundidades (0-5 e 5-10 cm), onde a cana crua contribuiu com maiores adições de N orgânico ao solo comparado a cana queimada (Figura 8). Isso se deve, provavelmente, devido à queima da palhada da cana, pois, com a queima são perdidos aproximadamente 50 kg N ha<sup>-1</sup>ano<sup>-1</sup> (Urquiaga et al., 1991).

Essa mesma tendência pode ser confirmada através da análise de correlação feita entre o teor de carbono e nitrogênio orgânico, com o auxílio do teste de Pearson. Pode-se verificar uma correlação positiva (120 observações) entre o teor de C e N orgânico do solo, com um valor de r<sup>2</sup> de 0,87 (P < 0,01). Isso só vem a confirmar a importância do N para o acúmulo de C no solo. De acordo com Alves et al. (2002), para acumular 1 Mg ha<sup>-1</sup> de C no solo na forma de MOS é necessário pelo menos 80 kg N ha<sup>-1</sup>. Foi observada também uma correlação negativa do C com a profundidade do solo (r<sup>2</sup> = -0.66, P < 0,01) e do N com a profundidade (r<sup>2</sup> = -0.73, P < 0,01).

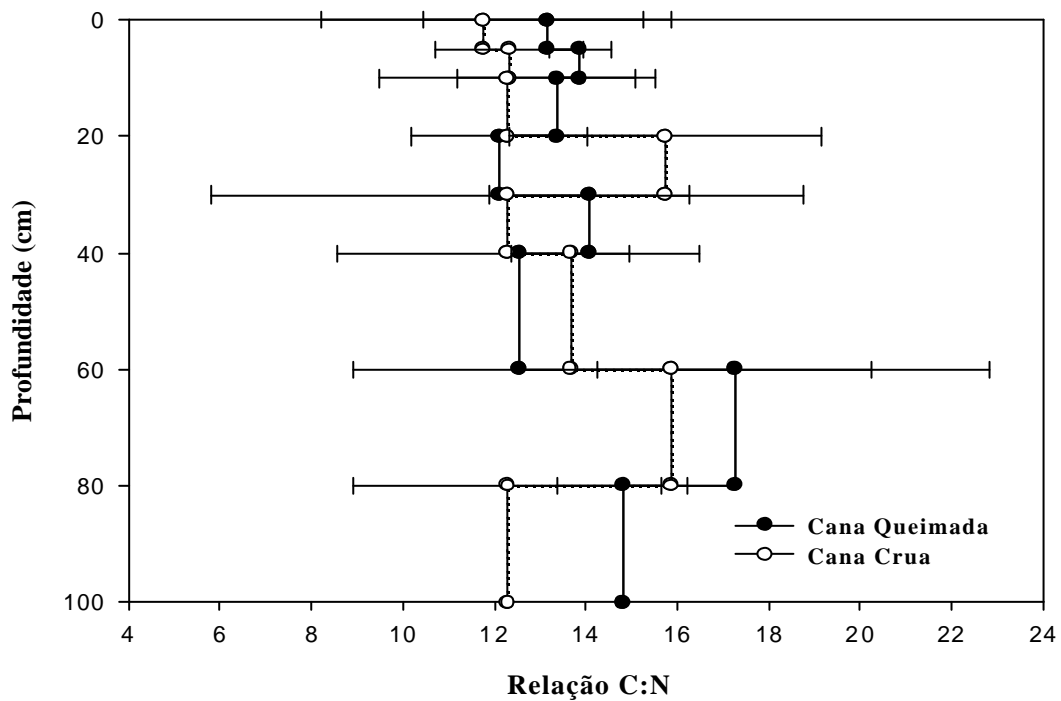
A relação C:N do solo não foi muito variável, com valores entre 12 a 15, nos primeiros 60 cm e, entre 12 a 18 nas camadas inferiores (80-100 cm). Ao comparar a relação C:N com os sistemas de colheita da cana, observa-se que não houve diferença estatística (P < 0,05) entre a colheita sem queima com a com queima da palhada (Figura 9). Pode-se observar que houve um aumento nas camadas de 60 a 80 cm de profundidade nos dois sistemas de colheita da cana. Esse comportamento uniforme observado foi similar ao encontrado por Campos (2003) ao avaliar a relação C:N do solo sob a cobertura de mata, cana e pastagem, em solos de Tabuleiros Costeiros, em Conceição da Barra (ES).



**Figura 7.** Teores de carbono no solo sob dois sistemas de corte da cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).



**Figura 8.** Teores de nitrogênio no solo sob sistemas de corte da cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).



**Figura 9.** Relação C:N do solo sob os sistemas de corte da cana-de-açúcar, em Linhares (ES). (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).

## 2.6.4 Estoque de carbono e nitrogênio no solo

Após avaliar os teores de carbono e nitrogênio no solo nos diferentes sistemas de colheita da cana, determinou-se quanto deste C e N cada sistema de colheita da cana-de-açúcar estava conseguindo armazenar no solo. Detectou-se, então, o efeito dos sistemas de manejo da cana nos estoques de carbono e nitrogênio no solo (Tabela 4). O tratamento referente à cana manejada sem queima apresentou menores perdas de carbono no solo em relação ao tratamento manejado com queima. Porém, somente na camada de 0-10 cm, o tratamento da cana sem queima da palhada foi estatisticamente superior à cana com queima. Isto se deve a manutenção da palhada na superfície, contribuindo assim com maior entrada de material orgânico no solo. A diferença no manejo da colheita da cana, acarretou que o sistema cana crua diminuiu a perda de  $3,9 \text{ Mg C ha}^{-1}$  em comparação ao sistema cana com queima da palhada, após 14 anos de implantação do experimento.

Considerando o estoque de carbono até 40cm de profundidade, observa-se que há um menor efeito dos sistemas de corte da cana e, o que está provavelmente contribuindo com maior adição de carbono no solo é o sistema radicular da cultura da cana, que apesar de não quantificado neste estudo, foi observado por outros autores maior quantidades de raízes da cana nessa profundidade de solo (Alvarez et al., 2000). Apesar dessa diferença não ser significativa, a cana crua está acumulando no solo  $6,1 \text{ Mg C ha}^{-1}$  a mais que a cana queimada.

O tratamento cana queimada apresentou o menor valor de estoque de carbono em comparação à cana sem queima, na avaliação até 100 cm de profundidade. A preservação da palhada favoreceu um incremento de  $13 \text{ Mg C ha}^{-1}$  em relação à cana queimada, apesar dessa diferença percentual de aproximadamente 11% não ser estatisticamente significativa.

Estudo realizado por Resende (2002) na região de Timbaúba, PE, de clima semi-árido, mostrou que a grande quantidade de palha que fica no sistema não aumentou o estoque de C do solo na camada de 0-100 cm, em comparação ao que utiliza a queima para colheita da cana. Esse resultado parece não representar o que ocorre em regiões canavieiras do Sudeste brasileiro, onde taxas médias de acúmulo de C no solo, para um intervalo de 20 anos, situa-se em  $1,62 \text{ Mg C ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$  quando a queima do canavial é substituída pela colheita de cana crua (Mello et al 2006), embora tenham sido considerados apenas os primeiros 20 cm do solo.

A diferença que ocorre entre os dois sistemas de colheita da cana-de-açúcar é que, no sistema cana crua, a não queima e manutenção da palhada estaria promovendo maior retenção de água no solo, oferecendo assim condições propícias de vida à fauna do solo. Esses organismos seriam os principais responsáveis na liberação de nutrientes da palhada ao solo. Isso pode ser confirmado num estudo realizado na mesma área experimental (Linhares, ES) por Ceddia et al. (1998), onde o autor observou maior quantidade de minhocas no sistema cana crua em comparação ao sistema cana queimada. A minhoca estaria auxiliando na ciclagem de nutrientes no solo, mas também promovendo a agregação do solo. Haja vista que, no Argissolo Amarelo em estudo, o único agente cimentante responsável pela formação dos agregados do solo é a matéria orgânica, mais especificamente os cropólitos de minhoca (Ceddia, 1998).

Em relação ao estoque de N, observa-se que o comportamento do N acompanhou o C. Isso pode ser destacado pela relação C/N, a qual não difere entre os dois sistemas de colheita da cana-de-açúcar.

**Tabela 4.** Estoques de C e N no solo sob o sistema de colheita cana crua e cana queimada. Considerou-se para o cálculo do estoque de C e N a mesma massa de solo da área considerada como referência (cana crua).

Camada (cm)	ESTOQUE C (Mg ha <sup>-1</sup> )			ESTOQUE N (Mg ha <sup>-1</sup> )		
	CC	CQ	CV(%)	CC	CQ	CV(%)
0-10	14,8 a	10,9 b	7	1,3 a	0,8 b	
0-40	49,6 a	43,5 a	14	3,8 a	3,3 a	
0-100	113,8 a	100,8 a	17	8,4 a	7,3 b	

CC - cana crua, CQ – cana queimada. Para cada intervalo de profundidade, letras iguais não diferem entre si pelo teste T, no nível de probabilidade de 5%, na comparação entre tratamento.

Resumindo, no estoque de carbono orgânico na camada superficial (0-10 cm) houve diferença estatística significativa entre os sistemas de colheita da cana, mas quando é incluída uma camada mais profunda (0-40 e 0-100 cm), essa diferença não é observada, não sendo suficiente para distinguir entre os manejos. Isso sugere que, a principal contribuição dos sistemas de colheita da cana-de-açúcar ocorre em 0-10 cm. Existe também uma contribuição do sistema radicular em profundidade, e isso pôde ser confirmado pelo resultado do teor de carbono orgânico na profundidade de 30-40 cm. (Figura 7). Não se sabe, porém, se o sistema cana crua está promovendo um melhor desenvolvimento do sistema radicular em comparação ao sistema cana queimada. E, se houve diferença no sistema radicular entre os sistemas de colheita da cana, essa diferença não foi suficiente para alterar o estoque de carbono até 40 cm de profundidade.

Em profundidades inferiores (0-100 cm), não foi observada nenhuma diferença estatística no estoque de C entre os sistemas de colheita da cana, a partir de 40 cm de profundidade ocorre o horizonte coeso que, provavelmente, estaria dificultando a penetração do sistema radicular da cana-de-açúcar e a eluviação de compostos orgânicos.

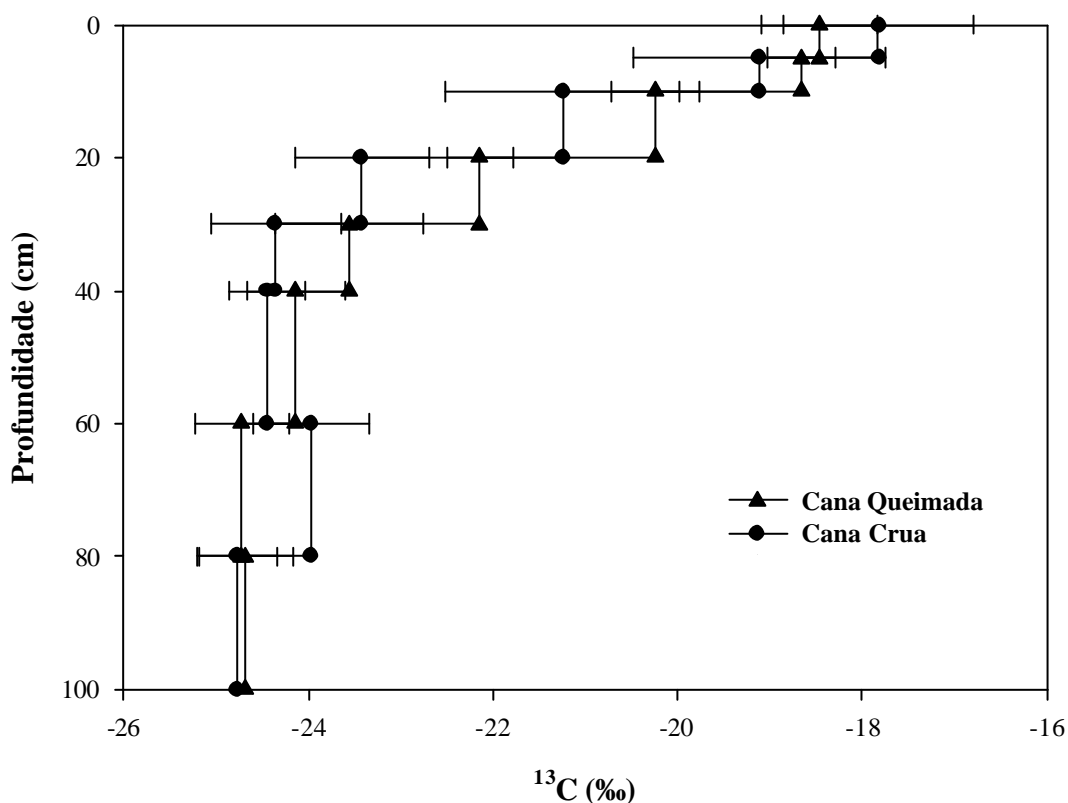
Como não foi observada diferença no estoque de carbono nas camadas inferiores foi utilizada a técnica da abundância natural do <sup>13</sup>C e o fracionamento da MOS, para elucidar como os sistemas de manejo da cana-de-açúcar afetam a dinâmica da matéria orgânica no solo.

### 2.6.5 Composição isotópica do carbono do solo

A abundância natural da palhada da cana-de-açúcar foi de -12,62 ‰. Conforme a MOS torna-se mais humificada, o <sup>12</sup>CO<sub>2</sub> é perdido em preferência ao <sup>13</sup>CO<sub>2</sub>. Como a MOS em camadas mais profundas é mais humificada, o sinal de d<sup>13</sup>C torna-se menos negativo, usualmente 1 a 2‰ de diferença entre a superfície e 100 cm de profundidade (Trumbore et al., 1995). Um outro fator que pode ser responsável pelo aumento do d<sup>13</sup>C em profundidade é o fato de que durante os últimos 150 anos, o aumento na queima de combustíveis fósseis, de baixa abundância natural de <sup>13</sup>C, tem diminuído o d<sup>13</sup>C médio da atmosfera em aproximadamente 1,3‰ (Stuvier & Braziunas, 1987). Além disso, a idade da MOS (tempo de deposição) aumenta com a profundidade do solo.

Nesse estudo, a diferença na abundância natural de  $^{13}\text{C}$  entre a camada superficial (0-5 cm) e o intervalo de profundidade 80-100 cm foi de aproximadamente 7‰ menos negativo, valor este muito distante para ser explicado conforme mencionado anteriormente (Cerri et al., 1985). Esses resultados sugerem que em tempos recentes, a área experimental atualmente instalada com cana-de-açúcar, era predominantemente coberta por vegetação  $\text{C}_3$  (mata). Observações e conclusões similares foram feitas por Vitorello et al. (1989), num estudo em São Paulo numa área de vegetação nativa onde, o  $\delta^{13}\text{C}$  era 8‰ menos negativo no intervalo 50-70 cm, do que em 30 cm de profundidade.

Os valores de  $\delta^{13}\text{C}$  refletiram a vegetação instalada sobre o solo (Figura 10). Os sistemas de colheita da cana com queima e sem queima da palhada apresentaram a mesma tendência na variação da abundância do  $^{13}\text{C}$  com a profundidade. Nas primeiras camadas, verificaram-se valores mais elevados, típicos de plantas de ciclo fotossintético  $\text{C}_4$ , variando de -17,8‰ e -18,5‰ para cana sem queima e com queima da palhada, respectivamente. Na camada mais profunda (80-100cm) houve uma diminuição nos valores de  $\delta^{13}\text{C}$ , chegando a -24,7‰, para ambos os sistemas de colheita de cana. A partir dessa informação, pode-se concluir que o solo sob os sistemas sem queima e com queima da palhada esteve sob uma mesma vegetação no passado.



**Figura 10.** Composição isotópica de  $^{13}\text{C}$  no solo sob cobertura de cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).

Pelos resultados de  $^{13}\text{C}$ , observa-se que ocorre uma maior ciclagem da MOS nos primeiros 20 cm de profundidade, porém agora que fração orgânica é responsável por essa maior ciclagem? Provavelmente, deve ser a fração leve da MOS, um material ainda não estabilizado quimicamente, com elevado teor de carbono, relação C:N inferior a liteira

adicionada ao solo e, que deve estar contribuindo com maior entrada de carbono de origem C<sub>4</sub> ao solo.

### 2.6.6 Origem do carbono do solo

Após catorze anos da implantação do experimento, pode-se observar que, na área com cobertura de cana-de-açúcar ainda permanece quantidades significativas (em torno de 42%) de carbono orgânico oriundo da vegetação anterior (C<sub>3</sub>) ainda nas primeiras profundidades (0-5 cm) (Figura 11). Esse mesmo comportamento foi também observado por Campos (2003) ao avaliar a proporção do C derivado da cana-de-açúcar e da mata no experimento de 8 anos realizado em Conceição da Barra (ES). O autor verificou uma contribuição de 50% do carbono oriundo da vegetação anterior (mata) ainda nos primeiros 5 cm de profundidade.

No solo com cobertura de cana-de-açúcar, a quantidade de carbono derivado da gramínea foi maior somente nas camadas 0-5 e 5-10 cm, apresentando um estoque de carbono derivado da gramínea de 1,99 e 1,53 kg C m<sup>-3</sup> para a cana sem queima e cana com queima da palhada (0-5 cm), respectivamente. A quantidade de carbono novo reduziu proporcionalmente em profundidade, chegando a valores de 0,12 kg C m<sup>-3</sup> para ambos os sistemas de corte da cana, na profundidade de 100 cm (Figura 12). A queima da palhada elevou a mineralização da MOS das primeiras camadas do perfil do solo (0-30 cm).

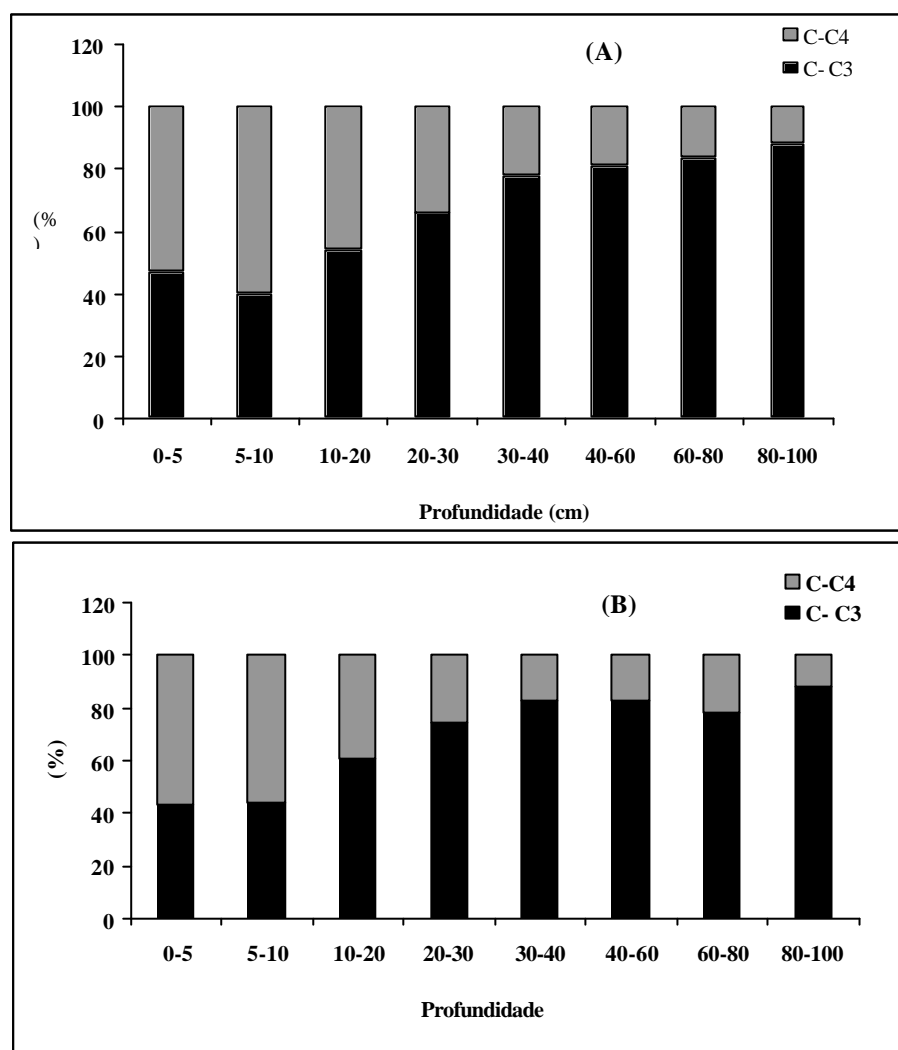
Na cana sem queima da palhada houve maior preservação do carbono da vegetação anterior ao longo do perfil do solo quando comparada a cana com queima da palhada, com exceção da profundidade 30-40 cm (Figura 12). Nas profundidades 5-10 e 10-20 cm, apesar da cana crua preservar mais carbono da vegetação anterior em comparação à cana queimada, essa diferença não foi significativa estatisticamente (P<5%). Deve estar ocorrendo algum mecanismo de proteção da MOS no sistema cana crua, como a proteção do material orgânico dentro dos agregados do solo. Pois, de acordo com Ceddia et al (1998) ao avaliarem o efeito dos sistemas de colheita na agregação do solo nessa mesma área experimental, verificaram que o sistema cana sem queima foi o que apresentou maior quantidade de agregados estáveis em água, na camada superficial, quando comparado com o outro sistema de colheita.

Quanto à adição de carbono da vegetação atual, na cana sem queima da palhada houve maior estoque de carbono da vegetação atual quando comparada à cana com queima da palhada, com exceção das profundidades 10-20 cm, 30-40 e 60-80 cm, que não houve diferença estatística significativa (Figura 12). Esse resultado foi reflexo do manejo dos sistemas de colheita na cultura onde, no sistema em que não ocorre a queima dos resíduos vegetais há uma maior entrada de carbono no solo proveniente dessa vegetação instalada e, na profundidade de 30-40 cm o sistema radicular da cultura deve ser o principal responsável na adição de carbono novo ao solo.

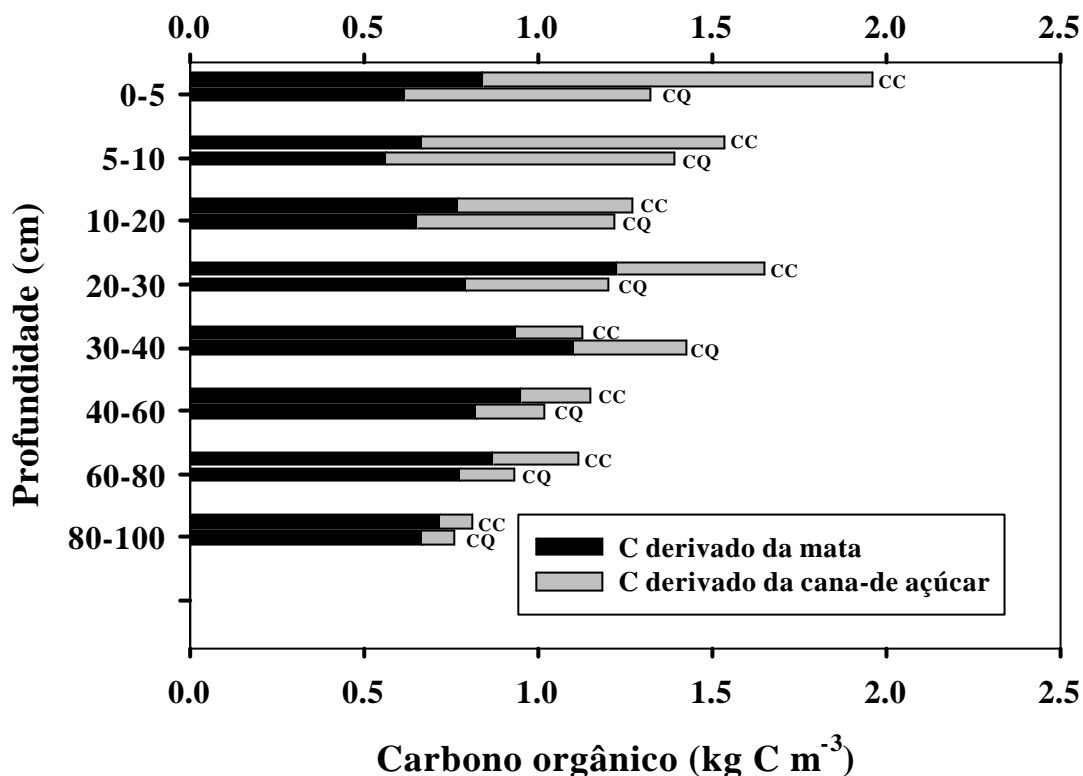
A cana crua estoca mais carbono de origem C<sub>4</sub> em relação à cana queimada (0-30 cm). Embora, essa diferença não seja suficiente para alterar o estoque de carbono no solo na camada de 0-40 cm. E, o sistema de manejo cana crua, como era de se esperar, está preservando mais carbono de origem C<sub>4</sub> e preserva mais esse carbono em superfície.

Pelos resultados de <sup>13</sup>C existe uma maior ciclagem da MOS nos primeiros 20 cm de profundidade de carbono de origem C<sub>4</sub> (cana-de-açúcar), independente dos sistemas de colheita empregados. E que, novamente entre 20 a 40 cm de profundidade, conforme foi observado para carbono e nitrogênio, também ocorre um aumento no estoque de carbono orgânico. Esse aumento deve estar relacionado com a transição para o horizonte coeso, onde nesta profundidade é observado um aumento na quantidade da fração argila. Essa camada coesa deve estar dificultando a eluviação de carbono para as camadas inferiores e o conseqüente acúmulo deste nessa profundidade (20 a 40 cm). Observa-se também que na camada coesa há uma preservação do carbono oriundo da vegetação de origem (mata),

carbono este que deve estar fortemente protegido nesta camada coesa. Para entender melhor essa dinâmica foi realizada o fracionamento químico e físico da MOS.



**Figura 11.** Percentagem de carbono oriundo da vegetação anterior (mata) e da cobertura atual com cana-de-açúcar sob o sistema sem a queima da palhada (A) e com queima da Palhada (B) em Linhares, ES (média de 5 repetições).



**Figura 12.** Origem e estoque do carbono no solo sob cobertura de cana-de-açúcar, no município de Linhares (ES). (média de 5 repetições). CC-cana crua, CQ-cana queimada.

### 2.6.7 Fracionamento químico da matéria orgânica do solo.

Pode-se observar que, independente dos sistemas de manejo de colheita da cana (cana crua e queimada), as frações orgânicas mais humificadas, ácido húmico (AH) e humina (H), predominam na camada superficial do solo (Tabela 5). E, esse carbono mais humificado deve ser originário da mata, haja vista o estoque da origem do carbono no solo (Figura 12).

A cana-de-açúcar possui material vegetal rico em biopolímeros como a lignina e celulose. Estes compostos, de elevada relação C/N, são seletivamente preservados no processo de degradação microbiana. Outras macromoléculas mais lábeis, que favorecem a formação do ácido fúlvico (AF), são decompostas ou lixiviadas para as camadas inferiores (Vaughan & Ord, 1985). Isso pode ser verificado na avaliação da distribuição das frações em profundidade onde, independente do manejo de colheita, a fração AF foi maior na camada superficial (0-5 cm) e na camada mais profunda (30-40 cm). Isto é normalmente esperado, pois a fração AF é constituída de compostos húmicos de maior solubilidade, sendo esta a principal responsável por mecanismos de transporte de cátions dentro do solo. A migração desses produtos menos polimerizados deve-se a sua maior mobilidade (Stevenson, 1994).



**Tabela 5.** Teores de carbono ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) das frações ácido fúlvico (AF), ácido húmico (AH) e humina (H) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada (CQ).

	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ
	0-5		5-10		10-20		20-30		30-40	
<b>AH</b>	3,45	2,20	1,35	1,74	1,55	1,22	1,46	1,73*	1,05	1,27
<b>AF</b>	2,19	1,67	1,52*	1,45	1,27	1,40*	1,17	1,82	2,35	2,67*
<b>AH/AF</b>	1,58	1,32	0,89	1,20	1,22	0,87	1,25	0,95	0,45	0,48
<b>H</b>	7,62	5,02	3,97*	3,63	3,17 b	3,97*	3,66	4,08*	3,85	3,96*
<b>CFH/CT</b>	0,93	0,94	0,62	0,75	0,94	0,80	0,68	0,99	0,81	0,65

\*Média diferem estatisticamente pelo teste T ( $P < 5\%$ ), nas mesmas profundidades na comparação entre tratamentos. Média de 5 repetições. CFH - carbono das frações humificadas, CT - carbono total.

A relação AH/AF indica a mobilidade do carbono no solo (Tabela 5). Na camada superficial, de textura arenosa, encontrou-se maior relação AH/AF, já nas camadas inferiores, no horizonte coeso (30-40 cm), a relação AH/AF é bem menor. Em geral, os solos mais arenosos apresentam maiores relações AH/AF indicando a perda seletiva da fração mais solúvel (AF) (Benites et al., 2003).

Nas camadas inferiores houve maior preservação do carbono no sistema cana queimada, o que não foi conferido pela análise isotópica do  $^{13}\text{C}$ . Isso também pode ser observado ao avaliar a relação CFH/CT, onde ocorre um decréscimo desta relação em profundidade. Esse comportamento deve estar relacionado com a maior adição de material orgânico na forma de fração leve no sistema cana crua, diminuindo proporcionalmente a quantidade de carbono orgânico humificado no solo sob esse sistema.

### 2.6.8 Fracionamento físico da MOS

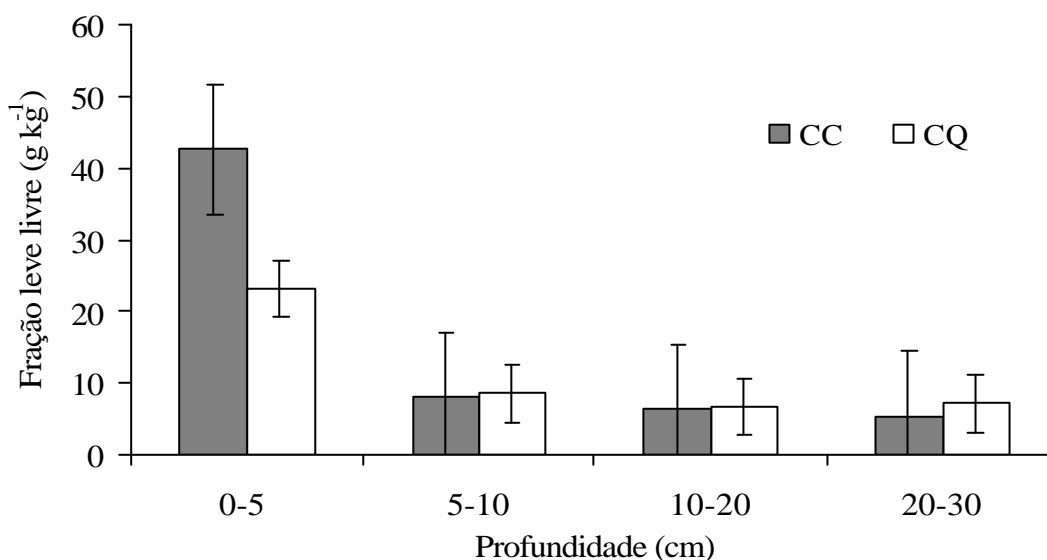
A quantidade de fração leve livre em relação ao solo total ( $\text{g kg}^{-1}$ ) foi elevada na camada superficial (0-5 cm), havendo uma redução em profundidade até 30 cm, independente do sistema de manejo de colheita da cana (Figura 13).

Ao comparar os sistemas de colheita da cana-de-açúcar, a cana crua apresentou estatisticamente maior massa de fração leve livre em comparação a cana queimada na camada superficial (0-5 m). Após essa profundidade, não foi observada nenhuma diferença estatística entre os sistemas de manejo de corte da cana-de-açúcar. O efeito do manejo dos sistemas de corte da cana foi mais pronunciado na camada superficial, onde se pode observar que a queima dos resíduos vegetais contribuiu significativamente na perda desta fração e que, nas camadas inferiores, a adição de fração leve livre deve ter sido, provavelmente, através do sistema radicular da cana-de-açúcar.

Mesmo diante da interferência do carvão tanto no sistema cana crua como no sistema cana queimada, há quase o dobro de fração leve livre no sistema cana crua na camada 0-5 cm. Essa fração é importante fonte de energia para a biota.

Os resultados da fração leve intra-agregado da MOS não foram apresentados porque não se conseguiu extrair fração intra-agregado da MOS, não havia material orgânico para coletar. A explicação para esse fato deve estar relacionada com a agregação natural deste solo, Argissolo Amarelo. Esse solo apresenta uma estrutura fraca a muito fraca, o único agente cimentante responsável pela agregação são os coprólitos de minhocas. Esse agente cimentante permite a formação de agregados pouco estáveis que ao serem manuseados são quebrados facilmente, liberando a fração orgânica protegida (fração intra-agregado). Como o fracionamento físico da MOS é realizado com TFSA, a fração intra-agregado deve ter sido quantificada junto com a fração leve livre da MOS.

É importante ressaltar a grande dificuldade encontrada na execução do fracionamento físico por densidade em solos com elevada quantidade de carvão, pois grande parte da fração leve extraída nesse experimento (em torno de 90%) foi carvão, que, pelo conceito aceito na literatura é um constituinte da fração leve da MOS. Porém, os resultados de carbono na fração leve da MOS tornaram-se difíceis de interpretar devido à influência deste mineral, alterando a dinâmica da MOS. Schmidt et al. (1999) observaram que os procedimentos utilizados no fracionamento granulométrico, em solos com elevada quantidade de carvão, podem ser considerados muito agressivos além de resultar em partículas de tamanho diferente daquelas obtido pelo procedimento granulométrico padrão.

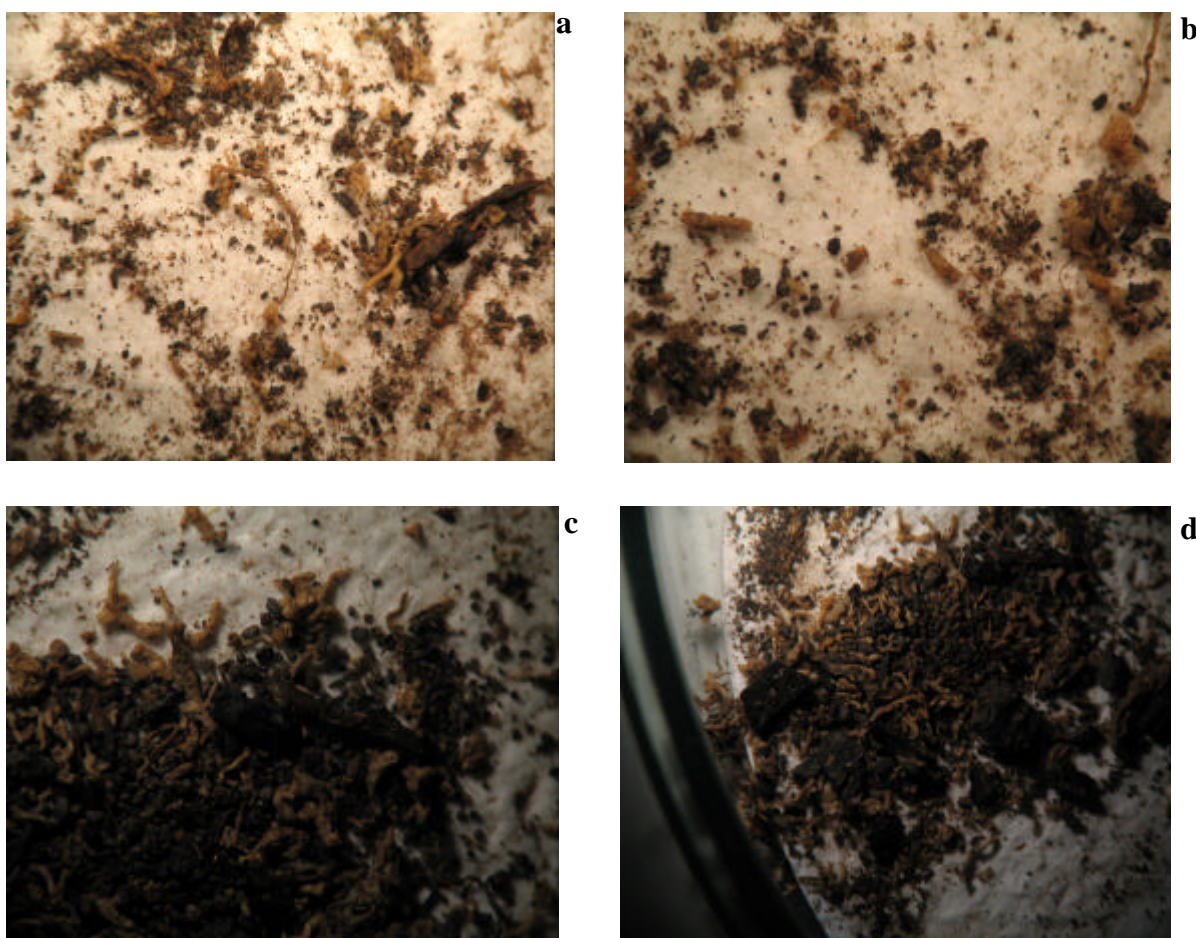


**Figura 13.** Massa da fração leve livre em relação ao solo total ( $\text{g kg}^{-1}$ ) sob os sistemas de manejo cana queimada (CQ) e cana crua (CC), até 30 cm de profundidade. Barras verticais indicam o erro padrão.

Observou-se também que tentar eliminar o carvão com metodologia aceita na literatura como, por exemplo, coleta deste material com pinça (Cadisch et al., 1997), para posterior análise do teor de carbono na fração leve foi praticamente impossível. Pois, este mineral se mistura com hifas de fungos e outras mucilagens dificultando o processo de coleta (Figura 14).

Em solos sob vegetação, que sofrem queimadas periodicamente a FLL pode apresentar quantidades significativas de materiais carbonizados ou parcialmente carbonizados como carvão vegetal, fuligem (Skjemstad et al., 1990; Roscoe et al., 2000, 2001). Roscoe et al. (2001) observaram num estudo realizado no cerrado, num Latossolo Vermelho Escuro que a ciclagem da FLL foi maior que a das frações pesadas, somente nas primeiras profundidades.

A identificação por microscopia ótica de fragmentos de carvão na FLL levou os autores a concluírem que a dinâmica desta fração, no solo estudado, foi altamente influenciada pela presença deste material carbonizado. Skjemstad et al. (1990, 1996), Cadisch et al. (1997) e Six et al. (1998) também concordam que materiais recalcitrantes como carvão podem ser encontrados nesta fração, alterando a sua dinâmica como um todo.



**Figura 14.** Fração leve livre da MOS. a e b) Detalhe da fração leve livre no sistema cana crua. c e d) Fração leve livre no sistema cana queimada.

### 2.6.9 Espectroscopia de infravermelho da fração leve da MOS

A espectroscopia na região do infravermelho é uma ferramenta muito útil na detecção de grupamentos funcionais na matéria orgânica do solo. Os espectros da fração leve livre foram feitos em triplicata e analisados de acordo com as atribuições propostas por Silverstein (1994), Stevenson (1994) e Canellas (1999), de modo a verificar se haveria diferença na fração leve da MOS devido ao sistema de colheita adotado. Os espectros das distintas repetições apresentaram feições muito semelhantes, sendo aqui apresentado apenas um espectro para cada sistema de colheita da cana-de-açúcar (Figura 15).

Os espectros de infravermelho apresentaram feições semelhantes para as amostras da fração leve livre, independente do sistema de manejo, o que se deve a influência dominante de resíduos vegetais sobre esta fração (Skjemstad et al., 1986; Golchin et al., 1994; Wander & Traina, 1996; Sohi, 2002).

Os espectros foram divididos em quatro principais regiões de absorção, de modo a facilitar a interpretação:

#### Região de absorção de 3700-3000 $\text{cm}^{-1}$

Essa região compreende as vibrações de estiramento dos grupamentos  $-\text{OH}$  e  $-\text{NH}$ . Os espectros referentes às frações leve livres apresentam bandas de absorção mais nítidas, com sobreposições de bandas pouco intensas, permitindo a visualização de funções nitrogenadas.

Nos espectros de FLL de amostras de cana crua e cana queimada, a banda de absorção O-H ( $3443 \text{ cm}^{-1}$ ) é forte e alargada, fruto de vibrações em vários níveis energéticos que caracteriza grupamentos-OH em pontes de hidrogênio inter e intra-moleculares (Figura 15).

#### Região de absorção de 3000 – 2000 $\text{cm}^{-1}$

Corresponde aos estiramentos CH de cadeias alifáticas ( $-\text{CH}_2$ ,  $-\text{CH}_3$ ). As frações leves apresentam variações pronunciadas nessa região. As bandas de absorção correspondentes às amostras de cana crua mostraram-se mais bem definidas, quando comparadas com a cana queimada. Tais regiões espectrais, que caracterizam os compostos orgânicos alquílicos, podem ser utilizadas como indicadora de pequenas transformações ocorrida na MO decorrentes do início do processo de humificação nos distintos sistemas de preparo do solo. A fração leve estaria em estágio inicial de decomposição.

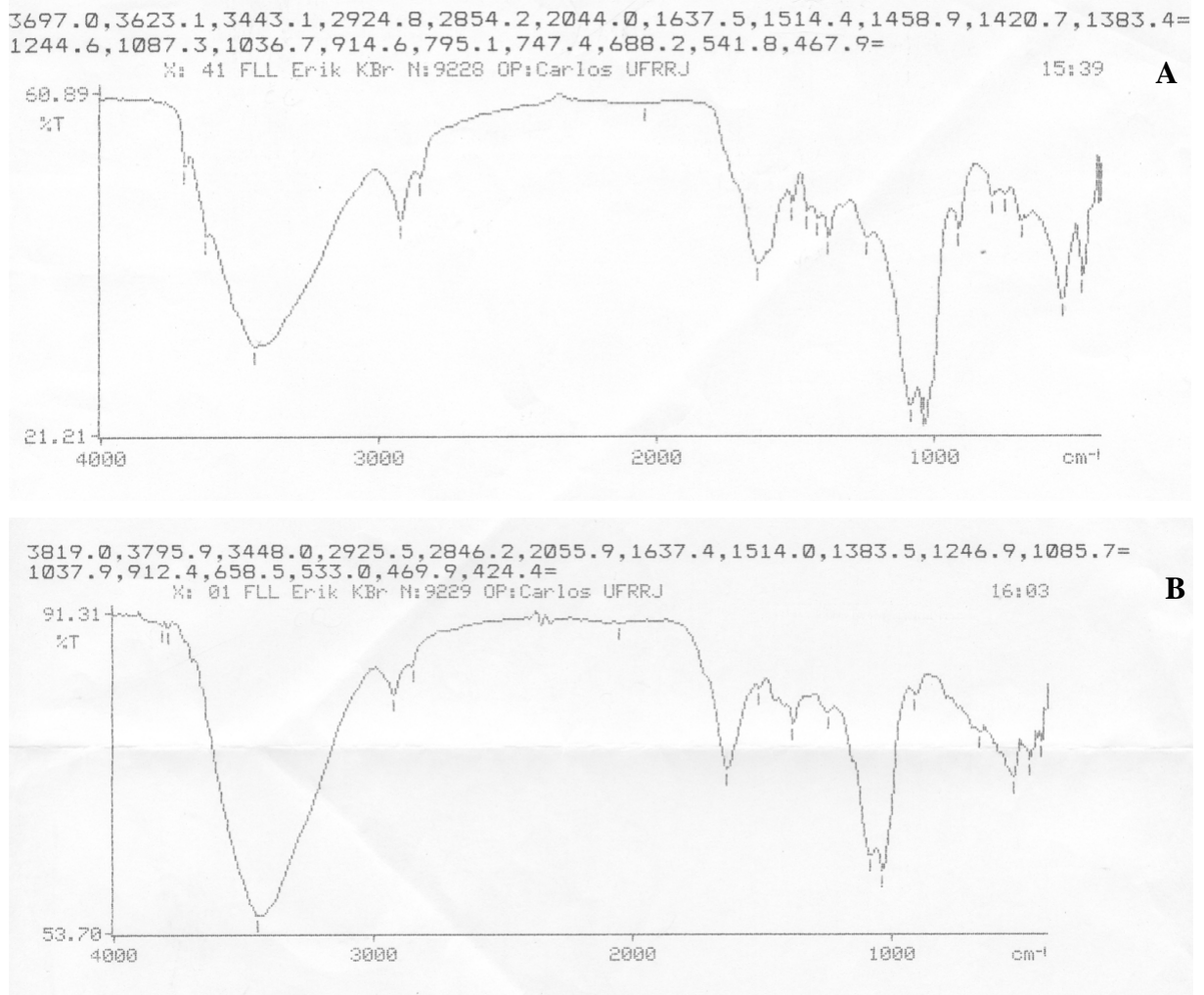
#### Região de absorção de 2000 – 1300 $\text{cm}^{-1}$

Vibrações C=C de aromáticos e C=O de carboxilatos, quinonas e/ou cetonas conjugadas. Apresentando banda C=C de aromático ( $1420 \text{ cm}^{-1}$ ) pouco pronunciada, característica inerente das frações lábeis. A banda C=O ( $1637,5 \text{ cm}^{-1}$ ) de duplas ligações conjugadas indica o grau de condensação da molécula, característica de material em estágio de decomposição (Stevenson, 1994). Na cana queimada, essa banda foi mais bem definida que na cana crua, o que pode indicar maior humificação neste sistema. Os materiais refratários, como o carvão presente na fração leve livre da MOS, não apresentaram picos característicos porque foi feita a coleta deste material carbonizado na fração leve livre para a análise de espectroscopia de infravermelho. Então a fração leve livre do sistema de manejo cana queimada apresentou-se mais humificada do que do sistema de manejo cana crua.

#### Região de absorção de 1300 – 1000 $\text{cm}^{-1}$

Estiramentos C-O de éster e O-H de alcólico de polissacarídeos. A região de polissacarídeos é descrita como a mais peculiar, sendo denominada região de impressão digital da molécula.

A partir desses resultados obtidos no fracionamento por densidade da MOS para a área de Linhares (ES), o próximo passo foi montar um ensaio que avaliasse as densidades da solução de iodeto de sódio que estariam sendo utilizadas no fracionamento densimétrico da MOS.



**Figura 15.** Espectros de infravermelho da FLL sob os diferentes sistemas de corte da cana. O primeiro espectro refere-se ao sistema cana crua (A), o segundo refere-se ao sistema cana queimada (B).

## 2.7 CONCLUSÕES

- a) A preservação da palhada aumentou o estoque de carbono no solo na camada 0-10 cm. Entretanto, esse aumento de carbono estocado não foi detectado nas camadas 0-40 cm e 0-100 cm. O que sugere que, para avaliar o estoque de carbono no solo, uma maior estratificação das camadas superficiais deve ser feita quando a maior contribuição esperada de carbono vem dos resíduos superficiais.
- b) A ciclagem da MOS foi maior na camada superficial do solo em ambos os sistemas de colheita da cana-de-açúcar. A fração leve deve ser a responsável pela rápida ciclagem da MOS nessa profundidade.
- c) O sistema de manejo sem a queima da palhada contribuiu para maior quantidade de carbono estocado no solo oriundo da vegetação atual ( $C_4$ ). Além disso, esse sistema também preservou mais carbono da vegetação anterior ( $C_3$ ), sendo, portanto, um sistema de manejo mais preservacionista.
- d) Com relação à qualidade do carbono estocado no solo, o sistema sem queima da palhada apresentou, nas primeiras camadas, maiores quantidades de frações leves. Isso refletiu numa diminuição do grau de humificação da matéria orgânica do solo nesse sistema de colheita.
- e) Os espectros de infravermelho da fração leve da MOS indicam que a qualidade do material desta fração foi similar a outras frações leves observadas na literatura, sob diferentes condições edafo-climáticas, diferenciando-se apenas na intensidade dos picos demonstrando que a maior diferença é na quantidade dos compostos orgânicos presentes na fração leve, como consequência do manejo empregado.

### **3. CAPÍTULO II**

**FRACIONAMENTO DENSIMÉTRICO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO  
SOLO: EFEITO DAS DIFERENTES DENSIDADES DE NAI NAS  
CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DAS FRAÇÕES LEVES EXTRAÍDAS  
DE UM ARGISSOLO VERMELHO AMARELO SOB DIFERENTES  
COBERTURAS VEGETAIS, EM ITABELA (BA)**

### 3.1 RESUMO

O objetivo desse estudo foi fornecer uma proposta para a padronização da metodologia utilizada no fracionamento densimétrico da MOS. A escolha da densidade de NaI foi feita com auxílio do emprego de isótopos do carbono e através da análise da composição química das frações extraídas. As amostras de solo utilizadas para a realização do fracionamento densimétrico foram oriundas do sítio experimental localizado no CEPLAC, município de Itabela (BA). O experimento foi instalado em 1988 visando um estudo de longa duração dos sistemas de manejo de pastagens. Amostras de terra, nas profundidades de 0-5 e 5-10 cm, foram coletadas de um solo Argissolo Vermelho Amarelo sob pastagens de capim elefante (*Pennisetum purpureum*) e de braquiária (*Brachiaria brizantha*). Para esse estudo, foram utilizadas amostras coletadas ainda antes da instalação do experimento, quando a área ainda era ocupada por uma vegetação típica de floresta secundária de Mata Atlântica. Além dessas amostras, foi utilizada amostra de solo coletada após quatro, seis e oito anos de implantação das pastagens. As áreas de pastagens encontravam-se em delineamento blocos ao acaso com 4 repetições por tratamento. O método utilizado para o fracionamento densimétrico da MOS foi proposto por Sohi et al. (2001). As densidades da solução de NaI testadas foram 1,8; 1,6 e 1,4 g cm<sup>-3</sup>. Antes da realização do teste para a escolha da densidade fez-se necessário à padronização da potência emitida pelo aparelho de ultra-som, bem como a identificação do nível de energia ultra-sônica necessária para romper os macroagregados do solo. Foi feito um procedimento padrão para a medição da potência liberada pela sonda do aparelho de ultra-som. A taxa de perda de energia do sistema diminui linearmente num intervalo de temperatura de água entre 27,6 a 40,4 °C, sendo que, a perda de energia foi maior com o aumento da temperatura da água sonificada. Para o solo Argissolo Vermelho-Amarelo estudado, a energia de dispersão adequada para romper os agregados foi de 600 J ml<sup>-1</sup> sendo que menor quantidade de energia resulta em limitada dispersão dos agregados. Essa energia pode ser utilizada como um índice de estabilidade do microagregado (IE) desse solo. A análise da variância mostrou que a separação utilizando diferentes densidades foi um fator significativo (P<5%) na quantidade de matéria orgânica livre e oclusa extraída em todas as coberturas vegetais avaliadas, com uma maior extração na densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> do que nas densidades de 1,6 g cm<sup>-3</sup> e 1,4 g cm<sup>-3</sup>. E, ao caracterizar qualitativamente as frações leves da MOS, observa-se que o carbono nas frações leves, ao contrário da massa das frações leves foi maior quando foi utilizada a densidade de 1,4 g cm<sup>-3</sup>. Esse comportamento era esperado onde, na extração da fração leve utilizando solução de iodeto de sódio com densidade de 1,4 g cm<sup>-3</sup> consegue-se extrair matéria orgânica com menor teor de cinzas. Somente nas primeiras profundidades (0-5 cm), foi observada diferença significativa entre a influência da densidade de iodeto de sódio utilizada na separação da fração leve e os valores de d<sup>13</sup>C. Mostrando que os valores de d<sup>13</sup>C da fração leve da MOS aumentaram em função do aumento da densidade da solução de iodeto de sódio. E que, a densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> foi onde se observou valores de d<sup>13</sup>C mais próximos à vegetação atual (C<sub>4</sub>).

**Palavras chave:** Fracionamento densimétrico. Fração leve livre. Fração leve intra-agregado. d<sup>13</sup>C. Energia do ultra-som. Fração areia.



### 3.2 ABSTRACT

The objective this study was to standardize the methodology used in the densimetric fractionating of SOM, related to the NaI density best suited for extracting the light fraction of SOM. It was tested by using carbon isotopes and analyzing the chemical composition of the fractions extracted. Soil samples used in the densimetric fractionating were from an experimental site located in CEPLAC, Itabela municipality (BA). The experiment was installed in 1988, in a long term system of pasture management study. Soil samples were collected at the 0-5 and 5-10 cm depth, in a Red and Yellow Ultisol under brachiaria (*Brachiaria brizantha*) and elephant grass (*Pennisetum purpureum*). For this study, it was also used soil samples taken previously to the pasture experiment implantation, when the area had coverage of secondary Atlantic Forest. Besides that, soil samples from pastures with 6 and 8 years after implantation were used. The experimental design of the pasture plots was of randomized block with 4 repetitions in each treatment. The method utilized for the densimetric fractionation was that proposed by Sohi et al. (2001). It was tested NaI solution with 1,8; 1,6 and 1,4 g cm<sup>-3</sup> densities. Before the NaI density testing, it was necessary to calibrate the ultrasound equipment potency, as well as to identify the energy level necessary to break down the soil macroaggregates. The system's energy decreased linearly in a water temperature interval varied between 27,6 and 40,4<sup>o</sup>C. Whereas, the energy loss was higher with increase in water temperature sonicated. For the Red Yellow Ultisol evaluated, the adequate energy to disperse the soil aggregates was 600 J ml<sup>-1</sup>, and little energy result in a poor soil aggregates dispersion. This energy can be used as an index of soil aggregate stability to this soil. The results showed that the separation using different densities was a significant factor (P<5%) in the mass of free and protected organic matter in all soil coverage evaluated. The most extraction of free and intra-aggregate light fraction was NaI solution with 1,8 g cm<sup>-3</sup> than with 1,6 g cm<sup>-3</sup> and 1,4 g cm<sup>-3</sup>. On the other side, qualitatively characterization of light fractions showed that organic carbon, instead of their mass, was higher when it was utilized NaI solution with 1,4 g cm<sup>-3</sup> densities. This trend was expected because with NaI solution with 1,4 g cm<sup>-3</sup> it could be extract organic matter with the least ash content. Only in the first depth (0-5 cm), it was observed difference between NaI solution used in the separation of the light fractions and d<sup>13</sup>C values. It demonstrated that d<sup>13</sup>C light fractions were higher while the density of NaI was getting high. Moreover, NaI solution with 1,8 g cm<sup>-3</sup> density showed d<sup>13</sup>C values nearest the actual vegetation (C<sub>4</sub>).

**Key words:** Densimetric fractionation. Free light fraction. Intra-aggregate light fraction. d<sup>13</sup>C. Ultrasound's energy. Sand fraction.

### 3.3. INTRODUÇÃO

O fracionamento físico da MOS assume que a matéria orgânica pode ser dividida em dois compartimentos distintos em estrutura e função. A fração leve (livre ou MOS não complexada) compreende resíduos de plantas e animais em estágios iniciais de decomposição, apresentando relação C:N relativamente elevada, refletindo o material de origem, uma rápida taxa de ciclagem e uma densidade específica consideravelmente menor do que a dos solos minerais. A fração pesada inclui os complexos organo-mineral que são comparativamente, produtos de decomposição em estágios mais avançados (“verdadeiro húmus”) apresentando baixa relação C:N e taxa de ciclagem e elevada densidade específica devido à íntima interação com as partículas minerais do solo.

Experimentalmente, a fração leve e pesada da MOS são separadas através de soluções com densidades específicas altas. Têm sido historicamente realizado em solventes orgânicos, porém, é cada vez mais freqüente o emprego de soluções de sais inorgânicos.

Na literatura ainda não há um procedimento padrão nem quanto ao reagente utilizado nem quanto à densidade da solução empregada. Poucos estudos têm avaliado em detalhes os métodos utilizados, como o proposto recentemente por Sohi (2001), e muitos aspectos inerentes aos procedimentos experimentais ainda permanecem obscuros (Christensen, 2002).

Em uma ampla revisão sobre fracionamento físico da MOS, Christensen (1992) ressaltou as dificuldades de se estabelecerem comparações entre estudos, em função dos diferentes procedimentos de fracionamento densimétrico adotados. O autor identificou que, entre os trabalhos avaliados, 19 tipos de soluções eram ajustadas para diferentes densidades e eram utilizados diferentes tratamentos de dispersão. Gregorich e Ellert (1993) também fizeram uma revisão sobre os reagentes utilizados no fracionamento densimétrico com as suas respectivas densidades. Os autores verificaram o uso de reagentes orgânicos e inorgânicos com densidade variando de 1,2 a 2,0 g cm<sup>-3</sup>.

A fração leve é muito sensível a mudanças na densidade da solução empregada no fracionamento densimétrico (Richter et al., 1975; Dalal & Mayer, 1986). Isso demonstra que a escolha da densidade do líquido a ser empregado, o perfeito ajuste deste e, o controle da temperatura durante o processamento são fatores críticos para o sucesso da separação densimétrica. Menores desvios na densidade do líquido podem produzir diferenças significantes na concentração de carbono da fração leve, especialmente na densidade entre 1,9 a 2,4 g cm<sup>-3</sup> (Ritcher et al., 1975). Por exemplo, a proporção do carbono encontrado na fração leve mais que duplicou quando a densidade do líquido foi aumentada de 1,9 a 2,0 g cm<sup>-3</sup>.

Como a separação da fração leve da MOS é feita somente por base na diferença da densidade do líquido empregado, a solução utilizada para este fim deve ser criteriosamente avaliada. Então, é de fundamental importância a avaliação da densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> da solução de NaI, proposta por Sohi (2001), como adequada na separação da fração leve da MOS. Esta metodologia foi utilizada pois é a que está sendo mais empregada em estudos de fracionamento da MOS em diversas regiões do país, destacando as regiões sul, sudeste e centro-oeste. E também porque ao propor a densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> o autor não utilizou a técnica da abundância natural do <sup>13</sup>C para verificar a origem das frações leves extraídas.

A avaliação da densidade será feita com auxílio do emprego de isótopos do carbono e através da análise da composição química das frações extraídas. As amostras de solo utilizadas para esse fim são pertencentes à Estação de Zootecnia do Extremo Sul da Bahia (ESSUL), no município de Itabela. Esse experimento foi escolhido por ser um experimento de longa duração, monitorado e acompanhado rigorosamente desde do início de sua implantação.

A hipótese desse trabalho se baseia no fato de que a densidade do líquido empregado no fracionamento densimétrico da MOS é um fator importantíssimo na extração da fração leve da MOS. Diferentes densidades da solução de iodeto de sódio empregadas no fracionamento por densidade da MOS extraem frações leves com diferentes características químicas.

**H0:** A densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ , proposta por Sohi (2001), é a que extrai fração leve da MOS, com características químicas correspondentes à conceituada na literatura.

**H1:** A densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ , proposta por Sohi (2001), não extrai fração leve da MOS, com características químicas correspondentes à conceituada na literatura.

O objetivo geral deste trabalho foi analisar o fracionamento densimétrico da MOS sob diferentes coberturas vegetais baseado num estudo de longo prazo (8 anos) num experimento em Itabela (BA). Ainda, verificar se houve mudança nas características das frações leves extraídas em solução de NaI sob diferentes densidades. Os objetivos específicos foram:

- Escolha da correta energia necessária para a dispersão completa dos agregados do solo Argissolo Vermelho Amarelo.
- Verificar se houve mudança no teor de carbono orgânico e da origem deste na fração areia em função de diferentes níveis de energia do ultra-som.
- Verificar se houve variação na recuperação das frações leves (livre e intra-agregado) da MOS em função das diferentes densidades de iodeto de sódio utilizada.
- Verificar se houve variação no teor de carbono orgânico nas frações leves da MOS em função das diferentes densidades de iodeto de sódio utilizada.
- Verificar se ocorreu uma variação na origem do carbono em função das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio utilizada.
- Escolha de uma densidade de iodeto de sódio mais apropriada para o fracionamento densimétrico da MOS.

## 3.4 REVISÃO DE LITERATURA

### 3.4.1 Fracionamento físico e modelagem da MOS

Nos últimos anos maior ênfase tem sido dada aos estudos que envolvam a dinâmica da MOS, através de modelos matemáticos que simulam o ciclo dos vários compartimentos de carbono no solo, do que propriamente com a estrutura química das substâncias húmicas.

O fracionamento físico extrai a matéria orgânica de acordo com a sua localização na matriz do solo, oferecendo assim, uma boa oportunidade para alocar a MOS em compartimentos com diferentes níveis de reatividade (Molina et al., 1994; Balesdant, 1996). Isso é importante porque uma significativa mudança na reatividade da matéria orgânica (k) parece ser mais devido à incorporação desta nos agregados do solo do que a uma transformação bioquímica específica (Sohi, 2001).

Do ponto de vista do compartimento da fração leve e pesada da matéria orgânica do solo, esta é uma informação relativamente recente na literatura e trata-se de frações muito heterogêneas, quanto a sua recalcitrância e proteção física, com diferentes taxas de decomposição (Sohi, 2001).

O conhecimento da quantidade de fração leve se torna fundamental em estudos de ciclagem da MOS por causa do papel intermediário entre plantas e húmus. Como era de se esperar, a composição química da fração leve é muito similar à da planta (Molina et al., 1994; Balesdant, 1996).

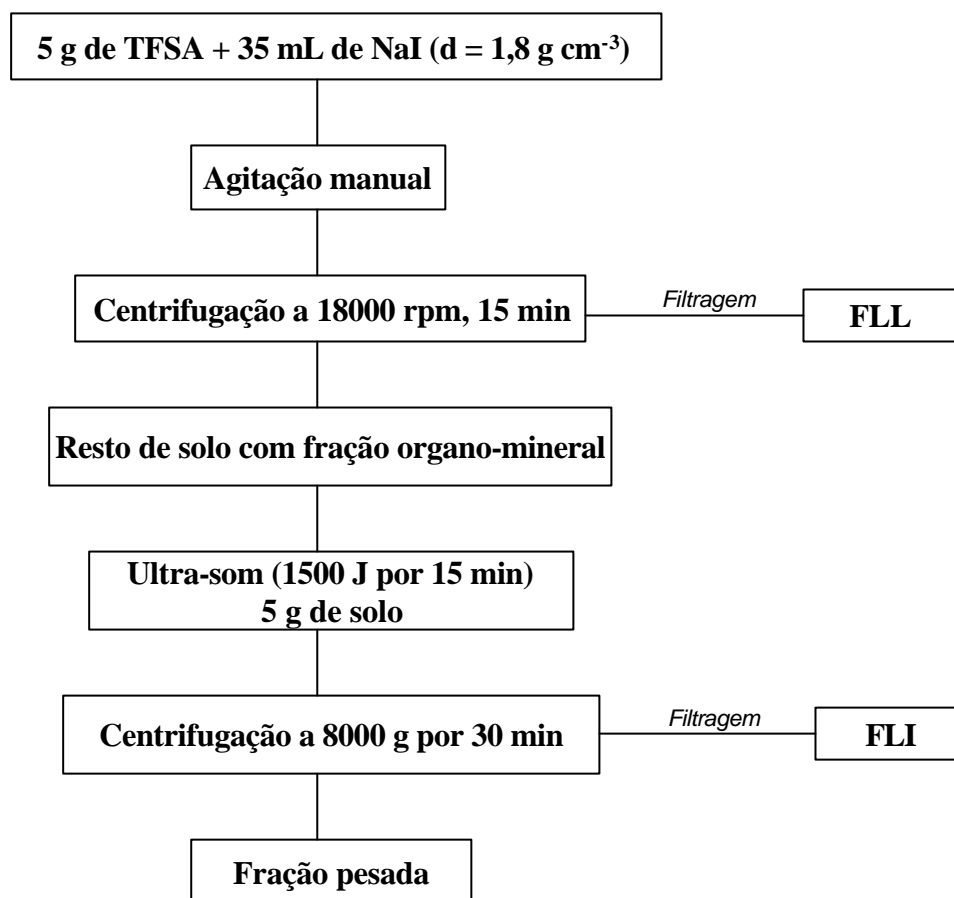
Além de proporcionar uma importante entrada na ciclagem da matéria orgânica, a fração leve também serve como um indicador das consequências das mudanças do manejo no solo. Por esta razão a fração leve deve ser considerada separadamente do húmus nos estudos de dinâmica da MOS (Magid et al., 2002)..

A maior limitação dos atuais modelos de simulação da dinâmica da MOS é que a maioria dos compartimentos conceituais não corresponde às frações averiguadas experimentalmente (Sohi, 2001). O primeiro estágio para um modelo baseado em frações extraídas experimentalmente é a padronização do método experimental, compatível com o modelo conceitual e que, seja extraída o menor número possível de frações, sendo estas consistentes na sua composição química e dinâmica numa escala de tempo relevante (Sohi, 2001; Magid et al., 2002).

Um estudo foi realizado recentemente por Poirier et al. (2005) com o objetivo de comparar a composição química das frações extraídas por densidade, segundo a metodologia de Sohi et al (2001). Os resultados apontaram para a necessidade de melhorar os procedimentos de análise quantitativa e qualitativa das frações leves extraídas, pois sem estes protocolos, a capacidade de promover informações chaves aos modelos de dinâmica da MOS permanecerá limitada (Poirier et al., 2005).

### 3.4.2 Fracionamento físico da MOS

O fracionamento físico envolve a separação densimétrica e granulométrica e várias etapas de dispersão do solo. As primeiras análises de extração de resíduos vegetais do solo por densidade foram entre 1933 e 1941 (Feller, 1997). Depois, com o uso do ultra-som foi feita a separação das frações leves em leve livre e leve intra-agregado ou oclusa (Figura 16).



**Figura 16.** Diagrama representando o procedimento para a separação das frações leves (Fonte: Sohi, 2001).

A fração leve corresponde à matéria orgânica não complexada, dividindo-se em: leve livre - separada antes da dispersão dos complexos organo-mineral secundários em complexos organo-mineral primários, e leve intra-agregado ou oclusa - separada após a dispersão - equivalente à matéria orgânica não complexada e oclusa (Figura 16). A fração pesada é constituída por materiais orgânicos em avançados estágios de decomposição, corresponde ao complexo organo-mineral primário, de acordo com o modelo de Christensen (1992).

### 3.4.3 Fração leve livre – aspectos metodológicos

O método densimétrico baseia-se na grande diferença de densidade entre a fração orgânica e a mineral. A densidade dos minerais do solo geralmente excede  $2 \text{ g cm}^{-3}$ , enquanto a de compostos orgânicos é menor que  $1,5 \text{ g cm}^{-3}$  (Gregorich & Ellert, 1993, Gavinelli et al., 1995). Durante a humificação parte da MOS associa-se fortemente a partículas minerais do solo, acumulando-se em frações de maior densidade (Barrios et al., 1996). A flotação em líquidos com elevada densidade específica permite, portanto, a separação da MOS em compostos com densidades mais baixas e mais altas do que a da solução utilizada. Tais frações são denominadas, respectivamente, leves e pesadas (Gregorich & Ellert, 1993).

Na literatura ainda não há um procedimento padrão nem quanto ao reagente utilizado nem quanto à densidade da solução empregada. Gregorich e Ellert (1993) fizeram uma revisão sobre os reagentes utilizados para preparar soluções de elevado peso gravimétrico para isolar fração leve com as suas respectivas densidades (variando de  $1,20$  a  $2,00 \text{ g cm}^{-3}$ ). Christensen (2002) também revisou os reagentes utilizados para isolar fração leve, verificando

19 diferentes combinações de reagentes orgânicos e/ou inorgânicos com densidade variando de 1,6 a 3,3 g cm<sup>-3</sup> e com diferentes energias do ultra-som. O principal problema é que faltam trabalhos que avaliem os aspectos do método de fracionamento densimétrico. Poucos estudos têm avaliado em detalhes os métodos utilizados, como o proposto por Sohi (2001) e, muitos aspectos inerentes aos procedimentos analíticos experimentais ainda permanecem obscuros (Christensen, 2002).

Historicamente, o fracionamento por densidade tem sido realizado utilizando-se soluções orgânicas. Atualmente, a utilização de soluções de sais inorgânicos é cada vez mais freqüente nos estudos de fracionamento densimétrico. Os solventes orgânicos como bromofórmio, etanol, benzeno, tetrabromoetano, tetracloreto de carbono estão sendo substituídos por soluções inorgânicas pelos seguintes motivos: elevada toxicidade dos hidrocarbonetos, a possibilidade de contaminação com o carbono e, a coagulação das partículas em suspensão.

As soluções salinas, além de serem menos tóxicas que as orgânicas, são mais recomendadas quando se pretende estudar a decomposição da fração leve em experimentos com a ação microbiana. Os sais inorgânicos usados para o fracionamento densimétrico incluem sulfato de magnésio, brometo de zinco, iodeto de sódio e mais recentemente o politungstato de sódio. Sohi et al (1998) utilizaram iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup>, Gregorich & Ellert (1993) utilizaram iodeto de sódio com densidade de 1,7 g cm<sup>-3</sup>, enquanto Six et al. (2000) utilizaram solução de politungstato de sódio com 1,8 g cm<sup>-3</sup> de densidade. Além da densidade da solução, outras propriedades como viscosidade, superfície de tensão e constante dielétrica pode influenciar nos resultados obtidos pelo fracionamento densimétrico do solo (Gregorich & Ellert, 1993).

O politungstato de sódio Na<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>W<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) têm sido muito utilizado devido a sua baixa toxicidade, permitindo o preparo de soluções com densidade até 3,1 g cm<sup>-3</sup> (Six et al., 1999). Apesar do elevado custo, a sua reciclagem é realizada sem maiores problemas por percolação em uma seqüência de carvão ativado e resina trocadora de cátions, conforme descrito por Six et al. (1999).

Um outro sal, o iodeto de sódio (NaI), têm sido largamente empregado no fracionamento densimétrico (Roscoe et al., 2000, 2001, 2002, 2003; Sohi et al., 2001; Freixo et al., 2002; Pinheiro, 2002), principalmente devido aos menores custos, sendo até mesmo recomendado como padrão por Gregorich e Ellert (1993) na separação de frações leves, com uma densidade ajustada entre 1,6 e 1,8 g cm<sup>-3</sup>. Mesmo assim ainda existe o problema da toxicidade, sendo recomendado o uso de luvas e máscaras de proteção, evitando o contato com a pele e a inalação do iodo (Roscoe & Machado, 2002). A reciclagem do NaI também é facilmente realizada em uma seqüência de carvão ativado e filtração, conforme descrito por Freixo (2001).

Sohi (2001) demonstrou que uma maior quantidade de fração leve livre foi obtida utilizando uma solução de iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> do que com densidades de 1,7 g cm<sup>-3</sup> ou 1,6 g cm<sup>-3</sup>, para um solo de textura arenosa. Em outros dois solos (textura média e argilosa) a quantidade de fração leve extraída foi igual para as três densidades consideradas. Porém, na fração leve intra-agregado, a quantidade obtida para os três solos foi altamente dependente da densidade da solução, onde maior quantidade foi encontrada para a solução de iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup>, a qual deve ser devido à associação com as partículas organo-minerais.

#### **3.4.4 Fração leve intra-agregado ou oclusa – aspectos metodológicos**

O procedimento para a obtenção de frações leves intra-agregado envolve a dispersão de uma quantidade de amostra de solo numa solução densa. O esquema de fracionamento envolve a separação da MOS em fração leve livre, fração leve-intra-agregado ou oclusa (após dispersão) e fração pesada, conforme descrito por Sohi (2001) (Figura 16).

O procedimento originalmente desenvolvido para quantificar frações distintas da matéria orgânica para modelos de simulação da dinâmica da MOS, pode ser realizado em solos na umidade natural passados em peneira de 6,0 mm ou em terra fina seca ao ar (< 2,0 mm). Pode também ser aplicado a diferentes classes de agregados (Lal, 2006) após a sua separação por peneiramento úmido ou seco (Yoder, 1968) ou a diferentes classes texturais.

O esquema de fracionamento descrito por Sohi (2001) apresenta duas etapas distintas de dispersão do solo (Figura 16). Na primeira etapa faz-se uma leve agitação manual, sendo um processo envolvendo um baixo nível de energia. O importante é que se obtenha uma quantidade de energia suficiente para colocar todas as partículas em suspensão e que seja insuficiente para quebrar os agregados, o que liberaria a fração leve intra-agregado. A segunda etapa de dispersão tem o objetivo de quebrar os agregados secundários para a liberação do material ocluso. Vários procedimentos têm sido recomendados nesta fase, envolvendo agitação mecânica por longos períodos (16-24 horas) na presença de esferas de vidro e/ou agentes dispersantes (Feller et al., 1991; Balesdant, 1996) ou utilizando energia ultrasônica (Gregorich & Ellert; Sohi, 2001; Roscoe et al. 2000, 2001, 2002).

A quebra dos agregados de um solo, submetido a sonificação, é causada pela cavitação, ou seja, pela formação de bolhas de ar no líquido, que ocorre principalmente na superfície dos agregados e em suas fendas e linhas de fraqueza (Tippkötter, 1994). A cavitação pode ser dividida em três etapas: nucleação (formação de bolhas microscópicas), crescimento e implosão (colapso) das bolhas (Christensen, 1992).

A energia ultra-sônica vem sendo utilizada há muitos anos em ciência do solo. Inicialmente empregada somente na dispersão do solo para análise textural e separação de argila (Edwards & Bremner, 1967), este procedimento vem sendo amplamente utilizado do fracionamento físico em estudos da matéria orgânica do solo (Christensen, 1992; Gregorich et al., 1988), avaliação da salinização (Mulyar & Minkin, 1992), estudo de atividade enzimática e ATP no solo (De Cesare et al., 2000) e avaliação da estabilidade dos agregados do solo (North, 1976; Raine & So, 1993; Sá et al., 1999).

Embora não tão crítico como para o fracionamento granulométrico, diferentes quantidades de energia podem afetar a quantidade da fração orgânica intra-agregado recuperada, uma vez que energia insuficiente deixaria intactos os agregados mais resistentes (Roscoe & Machado, 2002). Recomenda-se a utilização de energia suficiente para romper todos os agregados secundários presentes na fração areia (Christensen, 1992; Roscoe et al., 2001).

Muitos autores têm expressado concordância sobre a falta de padronização da energia do ultra-som utilizadas na dispersão (Watson, 1971; North, 1976; Christensen, 1992; Raine & So, 1993, 1994). Entre outros fatores (diâmetro da sonda, profundidade de imersão e forma do recipiente) a eficiência de dispersão é significativamente afetada pela energia de saída do ultra-som que induz a energia de cavitação produzida pela sonda (Raine & So, 1994).

Christensen (1992) ressalta que os aparelhos do tipo sonda são mais eficientes em comparação aos que aplicam energia externamente ao recipiente contendo a solução. A maior vantagem do ultra-som encontra-se na possibilidade de quantificação da energia aplicada (North, 1976) e a elevada eficiência em dispersar solos tropicais dominados por argilas de baixa atividade.

A quantidade de carbono e nitrogênio recuperado em cada classe de tamanho pode variar significativamente em função do nível de energia utilizado na dispersão (Gregorich et al., 1988). Roscoe et al. (2000) demonstraram que não somente as concentrações de C e N orgânico modificaram com o aumento da energia aplicada na dispersão do solo, mas também variaram a relação C:N e os valores de  $\delta^{13}\text{C}$ .

Esta energia não pode ser medida diretamente, então métodos indiretos foram utilizados para calculá-la, por exemplo, sonoquímico, sonobiológico, sonoluminescence e medidas

calorimétricas. O último método tem sido utilizado em estudos com solos para calibrar instrumentos (North, 1976; Gregorich et al., 1988, 1989; Preston et al., 1994).

Para tornar-se possível a comparação de resultados entre experimentos de sonificação e/ou entre laboratórios de pesquisa, a potência liberada pela sonda do aparelho deve ser calibrada, uma vez que os níveis de energia indicados nos medidores dos aparelhos não equivalem à energia aplicada à solução pela ponta da haste dos mesmos (Elliott e Cambardella, 1991).

Entretanto, muitos trabalhos ainda fornecem somente as especificações do aparelho e o tempo de sonificação em uma determinada potência nominal (Christensen, 1992). North (1976) e Christensen (1992) demonstraram que a potência nominal dos aparelhos de ultra-som é geralmente maior que as quantidades efetivamente aplicadas. E, Hinds e Lowe (1980) observaram que com o desgaste da ponta após 70 horas de uso, houve uma redução de 60% na energia emitida, quando comparada a uma ponta nova. A padronização é útil porque a potência pode variar com a frequência, dimensões da ponta e desgaste da mesma pelo uso.

Raine & So (1994), estudando diversos fatores que afetam a eficiência da dispersão por ultra-som, constataram que esta eficiência diminui com o aumento da temperatura do líquido, cujo efeito é a diminuição da cavitação. O aumento da temperatura é linear com o aumento do tempo de sonificação (De Cesare et al., 2000) e, ocorre em virtude da absorção da energia do som pelo líquido (Saly, 1967). Por isso recomenda-se a utilização de recipiente com gelo no momento de sonificação da amostra.

Um método-padrão para medida da potência liberada pelo aparelho de ultra-som foi proposto por North (1976) e consiste em medir o aumento da temperatura de uma massa conhecida de água destilada em um tempo específico de sonificação. Esse procedimento foi posteriormente utilizado por vários autores (Moen e Richardson, 1984; Gregorich, Kachanoski e Voroney, 1988, 1989).



### 3.5 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.5.1 Solo

O solo utilizado foi coletado de um experimento pertencente à Estação de Zootecnia do Extremo Sul da Bahia (ESSUL), dentro de uma parceria da Embrapa Agrobiologia com a CEPLAC-CEPEC. Essa estação experimental é localizada no município de Itabela (BA) a aproximadamente 16° 39' de latitude sul, 39° 30' de longitude oeste.

Amostras de terra, nas profundidades de 0-5 e 5-10 cm, foram coletadas de um solo Argissolo Vermelho Amarelo sob pastagens de capim elefante (*Pennisetum purpureum*) e de braquiária (*Brachiaria brizantha*). Utilizou-se para o fracionamento densimétrico da MOS as amostras coletadas após 6 e 8 anos da implantação dessas pastagens, nos anos 2001 e 2003, respectivamente.

Na implantação das pastagens, aplicaram-se 1000 kg ha<sup>-1</sup> de calcário e 80 kg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ha<sup>-1</sup>. A adubação de manutenção foi realizada nas quantidades equivalentes a 160 kg N ha<sup>-1</sup>, 80 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ha<sup>-1</sup> e 160 kg de K<sub>2</sub>O ha<sup>-1</sup>, parcelados em 4 aplicações. Essa adubação de manutenção é realizada anualmente, visando aumentar a produtividade das pastagens para a alimentação dos animais. As áreas com diferentes coberturas de pastagens encontravam-se em delineamento blocos ao acaso com 4 repetições por tratamento.

Além das amostras provenientes das pastagens, também foram utilizadas amostras coletadas antes da instalação do experimento, quando a área ainda era ocupada por uma vegetação típica de floresta secundária (Pereira, 1991). Todas as amostras de solo foram secas ao ar, e depois, passadas em peneira de 2 mm, sendo posteriormente guardadas em sacos plástico. O solo possui textura franca arenosa nos primeiros 10 cm, apresentando pouca quantidade de argila (150 g kg<sup>-1</sup> de argila).

#### 3.5.2 Cálculo da potência emitida pelo ultra-som:

Muitos autores têm expressado concordância sobre a falta de padronização da energia do ultra-som utilizadas na dispersão do solo para estudos de fracionamento físico. A energia de dispersão aplicada não tem sido calibrada tornando impossíveis comparações diretas entre estudos. Por isso, fez-se necessário a realização de testes para a identificação do nível de energia ultra-sônica adequado para romper os macroagregados do Argissolo Vermelho Amarelo proveniente de Itabela (Bahia) antes da realização do fracionamento físico da MOS.

Realizou-se então um procedimento padrão para a medição da potência liberada pela sonda do ultra-som. Esse método é baseado na medida de mudanças de temperatura causado por um tempo específico de sonificação em água num tubo de centrífuga revestido de fibra de vidro e isopor.

Inicialmente, foi medida a capacidade térmica do tubo de centrífuga pelo método das misturas e, então foi calculada a relação da energia perdida. Um método-padrão para medida da potência liberada pelo aparelho de ultra-som foi proposto por North (1976). Esse consiste em medir o aumento da temperatura de uma massa conhecida de água destilada sob um tempo específico de sonificação. Este procedimento é ainda muito utilizado por vários autores (Moen e Richardson, 1984; Gregorich, Kachanoski e Voroney, 1988, 1989, Roscoe et al., 2001, Sá et al., 1999, 2002).

O aparelho utilizado foi um Branson Model 250, possuindo um diâmetro na sonda de 1/8", comprimento da sonda de 112 mm e com a inserção da sonda de 3 cm na solução.

A potência foi medida em um tubo de centrífuga de 250 ml envolto com fibra e jornal, sendo então, colocado dentro de um suporte de isopor. O isolamento do tubo de centrífuga era

para evitar que ocorresse perda de energia para o meio externo. De acordo com Roscoe et al. (2002) quanto melhor for o isolamento do recipiente, menor será a entalpia.

De acordo com Sá et al. (1999) e Roscoe et al. (2001), a potência real aplicada pode ser calculada pela equação:

$$P_c = [(m_a c_a + C_{\text{recip}}) (m_a c_a + C_{\text{recip}})] \Delta T / t_s + H \quad (\text{Equação 1})$$

em que:

$P_c$  é a potência obtida pela calibração (W)

$m_a$  é a massa de água (g)

$c_a$  é o calor específico da água que corresponde a  $4,186 \text{ J (g } ^\circ\text{C)}^{-1}$

$C_{\text{recip}}$  é a capacidade térmica do recipiente ( $\text{J } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

$\Delta T$  é a mudança de temperatura ( $^\circ\text{C}$ )

$t_s$  é o tempo de sonificação (s)

$H$  é a taxa de perda de energia ( $\text{J s}^{-1}$ ) obtida por regressão.

A medição da potência pode ser feita em um calorímetro improvisado com o mesmo tipo de recipiente a ser usado na posterior sonificação da amostra conforme descrito por Roscoe (2002).

A capacidade calorífica do recipiente ( $C_{\text{recip}}$ ) foi determinada pelo método das misturas proposto por Duncan & Starling, citado por Raine & So (1993). Foi colocado no tubo de centrífuga uma massa de água conhecida à temperatura ambiente e depois adicionado uma massa de água conhecida numa temperatura em torno de  $40^\circ\text{C}$ , fechando-se a garrafa imediatamente. A soma das duas massas de água deve ser o mais próxima daquela a ser sonificada para o cálculo de potência (equação 1). A tampa do suporte tinha um orifício que foi utilizado para a inserção do termopar, por onde se monitorou a temperatura. Não sendo mais observadas variações mediu-se a temperatura resultante e calculou-se a capacidade térmica pela equação 3. Realizaram-se dez repetições obtendo-se média e erro padrão.

$$C_{\text{recip}} = m_1 c_a (T_1 - T_3) / (T_3 - T_2) - (m_2 c_a) \quad (\text{Equação 2})$$

em que:

$C_{\text{recip}}$  é a capacidade térmica do recipiente ( $\text{J } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

$m_1$  é a massa de água adicionada ao recipiente (g)

$m_2$  é a massa de água inicialmente na garrafa (g)

$c_a$  é o calor específico da água, que corresponde a  $4,186 \text{ J (g } ^\circ\text{C)}^{-1}$

$T_1$  é a temperatura de água adicionada ao recipiente ( $^\circ\text{C}$ )

$T_2$  é a temperatura da água inicialmente na garrafa ( $^\circ\text{C}$ )

$T_3$  é a temperatura de equilíbrio ( $^\circ\text{C}$ )

A taxa de perda de energia do sistema ( $H$ ) foi determinada aquecendo-se 100 g de água no calorímetro improvisado com o próprio aparelho de ultra-som até uma temperatura em torno de  $50^\circ\text{C}$ . Desligado o aparelho, a haste foi mantida dentro do recipiente, obtendo-se os dados de diminuição de temperatura da água, inicialmente a cada 10 segundos durante os primeiros 3 minutos, depois a cada 30 segundos até os 60 primeiros minutos e, finalmente a cada 5 minutos até completar 3 horas. Os pontos foram dispostos em gráfico, tendo nas abscissas o tempo em horas e nas ordenadas a temperatura ( $^\circ\text{C}$ ). O valor de  $H$  para cada grau ( $^\circ\text{C}$ ) na curva de resfriamento foi calculado pela equação 3:

$$H = (m_a c_a) \Delta T / t_d \quad (\text{Equação 3})$$

em que:

H é a taxa de perda de energia do sistema ( $J s^{-1}$ )

$\Delta T$  é a variação da temperatura que corresponde a  $1^\circ C$

$t_d$  é o tempo, em segundos, necessário para diminuição na temperatura em  $1^\circ C$

$m_a$  é a massa de água (g)

$c_a$  é o calor específico da água, que corresponde a  $4,186 J (g ^\circ C)^{-1}$

Pela análise de regressão foram dispostos em gráfico os dados que geraram a curva de taxa de perda de energia (H), em função da temperatura, escolhendo-se o melhor modelo com base no teste F da análise de variância. A finalidade dessa regressão é obter um valor de H para cada temperatura de água durante a medição da potência, uma vez que a equação 3 permite apenas o cálculo de H por meio da curva de resfriamento.

Uma vez determinada a potência efetiva do aparelho, a energia aplicada pode ser expressa em  $J ml^{-1}$  de acordo com a equação 4 (Christensen, 1985):

$$E_a = P_c t_s / V \quad (\text{Equação 4})$$

em que:

$E_a$  é a energia aplicada à suspensão ( $J ml^{-1}$ )

$P_c$  é a potência emitida pelo aparelho, obtida pela potência de calibração (W)

$t_s$  é tempo de sonificação (s)

V é o volume de suspensão (ml)

### 3.5.3 Determinação da energia adequada para completa dispersão dos microagregados

O próximo passo foi à determinação do nível de energia adequado para a completa dispersão dos agregados de um Argissolo Vermelho Amarelo de Itabela (BA). No procedimento de dispersão foram utilizados 9 diferentes períodos de sonificação: 42", 1'10", 2'20", 7', 11'39", 14', 16'19", 18'38" e 23'18". Usando uma potência calculada ( $P_c$ ) de 15 W e 20 ml de suspensão do solo (5 g de solo em 20 ml de água destilada) a energia equivalente, calculada pela Equação (4), foi respectivamente: 30, 50, 100, 300, 500, 600, 700, 800 e 1000  $J ml^{-1}$ . Foram realizadas medições em triplicata para cada nível de energia. A temperatura da suspensão foi mantida abaixo de  $35^\circ C$  durante a sonificação para evitar redução na cavitação (Christensen, 1985). A potência aplicada foi suficientemente grande para homogeneizar a suspensão durante o procedimento analítico, não precisando de uma agitação manual antes da sonificação (Roscoe & Machado, 2002).

A energia de dispersão necessária para separar completamente os microagregados foi determinada em dois passos: 1<sup>o</sup>) a quantidade ( $g kg^{-1}$ ) de fração tamanho argila ( $< 2 \mu m$ ) foi monitorada enquanto a energia de dispersão emitida pelo aparelho de ultra-som aumentava, então o nível ótimo de energia pode ser determinado no ponto onde não ocorresse mais mudanças na quantidade obtida de fração argila dispersa; 2<sup>o</sup>) a distribuição da quantidade da partícula argila nessa energia foi calibrada com a quantidade de argila obtida da análise granulométrica padrão. Na análise granulométrica padrão foi utilizado o método da pipeta com um pré-tratamento das amostras em mufla à  $600^\circ C$ , durante 16 horas.

### **3.5.4 Fracionamento por densidade**

Amostras de TFSA das profundidades de 0-5 e 5-10 cm foram utilizadas para a realização do fracionamento por densidade da MOS. O procedimento foi realizado segundo a metodologia proposta por Sohi (2001), conforme descrito no capítulo anterior. Porém, para comparar o efeito da densidade, utilizou-se uma solução de iodeto de sódio (NaI) com as seguintes densidades: 1,40; 1,60 e 1,80 g cm<sup>-3</sup> ( $\pm 0,02$ ) à 25<sup>0</sup>C (determinado por densímetro). Para o eficiente rompimento dos agregados do Argissolo Vermelho Amarelo estudado foi utilizada uma energia de 600 J ml<sup>-1</sup>.

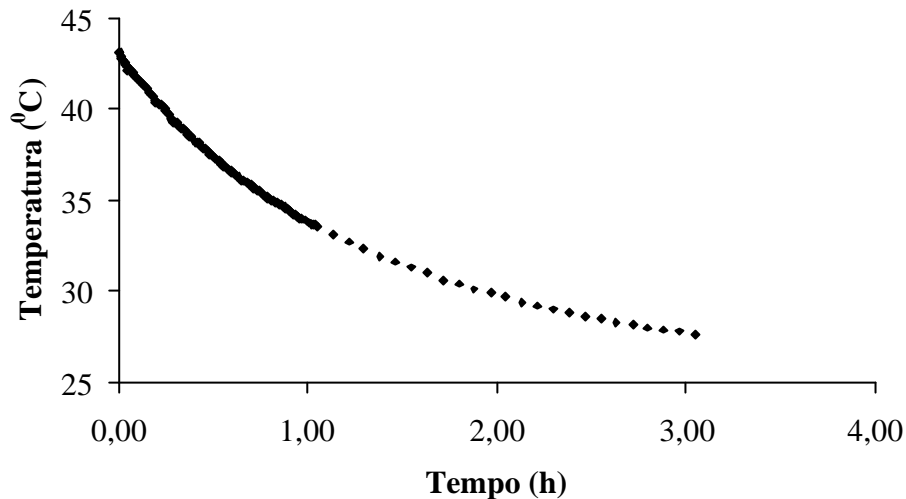
### **3.5.5 Determinação de carbono e d<sup>13</sup>C nas frações leves**

Para a determinação do C, N e da abundância isotópica de <sup>13</sup>C, uma alíquota contendo aproximadamente 30 mg de fração leve finamente moída (Smith & Myung, 1990) foi analisada em um espectrômetro de massa marca Finnigan DeltaPlus acoplado a um analisador automático de C, H e N marca Carlo Erba EA-1108 – Finnigan MAT, Bremen, Alemanha.

## 3.6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.6.1 Cálculo da potência emitida pelo ultra-som

Como ilustrado na Figura 17, observou-se que a diminuição da temperatura da água é tão mais lenta quanto mais próxima da temperatura ambiente se encontra, o tempo gasto para que a temperatura passe de  $43,1^{\circ}\text{C}$  para  $27,4^{\circ}\text{C}$  foi de 4 horas. É importante ressaltar que era feito o controle da temperatura no laboratório ( $23^{\circ}\text{C}$ ).



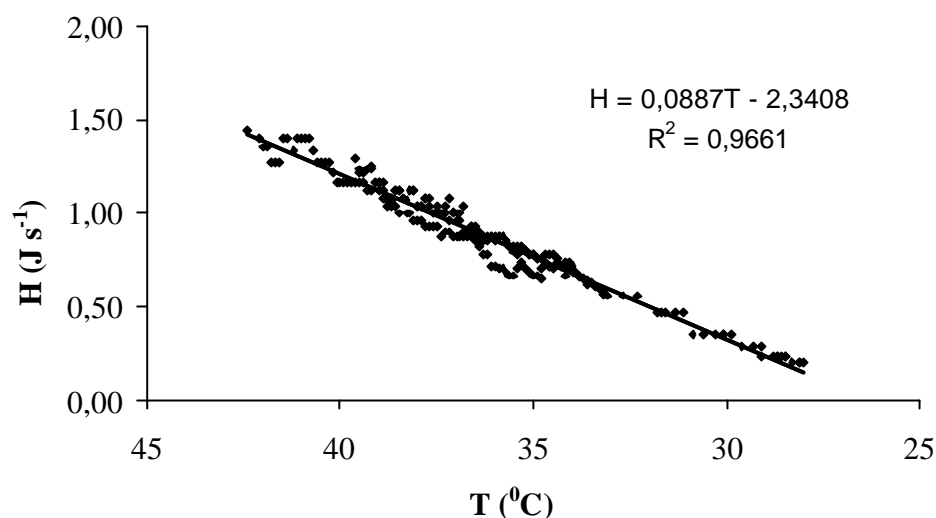
**Figura 17.** Curvas de resfriamento para o recipiente e local onde foram feitas as sonificações.

Com base nos dados apresentados na curva de resfriamento, calculou-se o intervalo de tempo (segundos) necessário para a redução de  $1^{\circ}\text{C}$  em cada faixa de temperatura, calculando-se então, o valor da entalpia (H) (Figura 17).

Utilizando-se como variável dependente à perda de energia (H) e variável independente a temperatura (T), no respectivo ponto médio foram geradas regressões (Ex.:  $40,4$  para  $39,4^{\circ}\text{C}$  - ponto médio  $39,9^{\circ}\text{C}$ ). Obtiveram-se quatro modelos: linear, exponencial, logarítmico e potência, todos com altos valores de  $r^2$  e altamente significativos com base no teste F da análise de variância. Entretanto, foi escolhido e mostrado apenas o primeiro modelo tendo por base o valor de F obtido na análise da variância. Além disso, o modelo linear é mais criterioso, mais simples e que representa melhor o fenômeno físico estudado.

Observa-se na Figura 18 que os valores de H são maiores quanto mais elevada é a temperatura, concordando com a crítica feita por Koenigs (1978) ao trabalho de North (1976), que considerou a perda de energia constante, ou seja, como sendo o mesmo valor de H para cada faixa de temperatura.

Entretanto, a curva de perda de energia apresentada vale apenas para o recipiente em questão e para as condições de temperatura próxima daquela onde foi feito o ensaio, bem como para o intervalo de temperatura estudado que vai de  $27,4$  a  $43,1^{\circ}\text{C}$ . E que, segundo Sá et al. (2000) ensaios realizados em temperatura próxima à temperatura ambiente como este, H tende a (0) zero, uma vez que a temperatura da amostra está em equilíbrio com a temperatura do ar, não havendo, assim, perda de energia (Figura 18).



**Figura 18.** Curva de perda de energia (H) para o suporte.

Portanto, cada laboratório deve determinar sua própria curva de perda de energia, válida para suas condições de temperatura ambiente e seus equipamentos. Haja vista que, a curva de perda de energia encontrada para um aparelho de ultra-som modelo Fisher Sonifier 500W da Embrapa Agrobiologia foi bem diferente do encontrado nesse trabalho (dados não apresentados). Para o aparelho da Fisher a curva ajustou um modelo exponencial. Schmidt et al (1999) e Roscoe et al. (2002) também obtiveram um modelo linear, no entanto Sá et al. (2000) encontraram modelo exponencial.

Finalmente, conhecendo-se o valor da capacidade térmica do recipiente e uma equação que permitiu obter o valor da perda de energia em função da temperatura durante a sonificação (modelo linear), foi feita a medição da potência emitida pelo aparelho de ultra-som ( $P_c$ ). Para cada intervalo de 10 segundos (nos primeiros 3 minutos), 30 segundos (na primeira 1 hora) e a cada 5 minutos (nas primeiras 4 horas) foi calculada perda de energia para a temperatura média correspondente, por meio do modelo linear, para o cálculo da potência fornecida pelo aparelho.

A potência calculada obtida pela calibração do aparelho foi muito inferior ( $P_c = 15 \text{ W}$ ) que a fornecida pelo visor do aparelho de ultra-som da Branson 250 W (40 W). Esses resultados são similares aos obtidos por Schmidt et al. (1999) que compararam a potência mostrada no visor do aparelho e a determinada calorimetricamente por cinco aparelhos de ultra-som. Nesse trabalho, todos os cinco aparelhos avaliados apresentaram potência calculada menor que a potência mostrada no visor pelo fabricante do aparelho. Além disso, os autores também utilizaram dois modelos Branson 250 W (similar ao utilizado nesse trabalho) e observaram que, os valores de potência (fornecido pelo fabricante e calculado) eram bem diferentes e similares aos obtidos nesse trabalho, concordando com Gregorich, Kachanoski e Voroney (1988), Christensen (1992), Fuller e Goh (1992) e Roscoe et al. (2002).

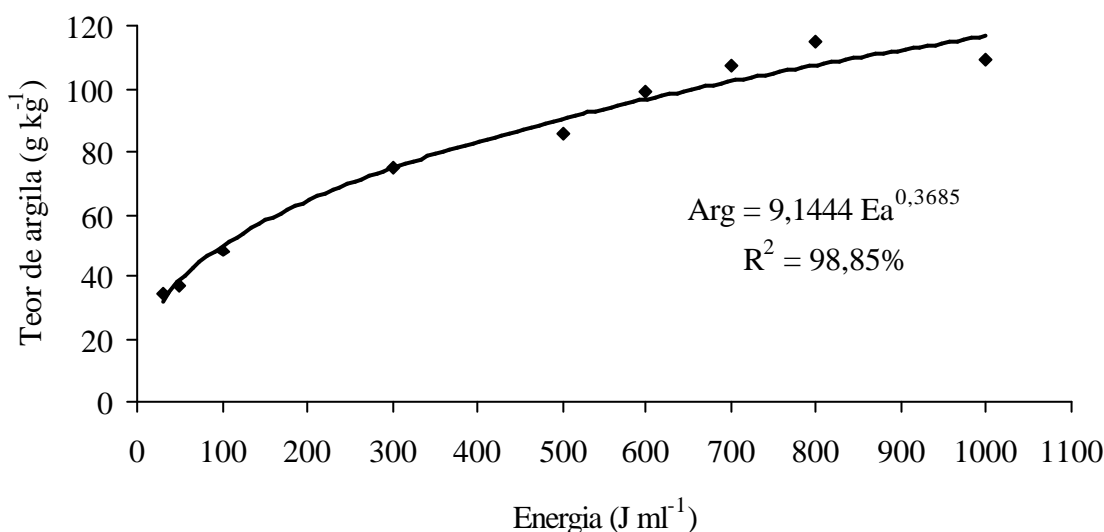
Esses resultados demonstraram a importância desse tipo de calibração para comparação entre trabalhos de pesquisa concordando com Elliott e Cambardella (1991), pois a potência fornecida por um aparelho de ultra-som pode variar com o desgaste de sua ponta, devido ao uso (Hinds e Lowe, 1980), havendo portanto, necessidade de calibrações periódicas do aparelho.

### 3.6 2 Cálculo da energia necessária à dispersão dos agregados

Pode-se observar que, com o aumento da energia do ultra-som ocorre um aumento na quantidade da fração argila dispersa (Figura 19). Esses resultados indicam que após a aplicação de pequena quantidade de energia os complexos organo-mineral secundários se desintegram em complexos organo-mineral secundário menores e/ou complexos organo-mineral primários, resultando em contínua acumulação de complexo organo-mineral tamanho argila (Schmidt et al., 1999).

Na análise granulométrica padrão a quantidade de argila determinada foi de  $100 \text{ g kg}^{-1}$ . No ponto de energia de  $500 \text{ J ml}^{-1}$  a curva começa a tender a um patamar e, a quantidade de argila nesse ponto é de  $90 \text{ g kg}^{-1}$ , um pouco inferior a análise granulométrica padrão. No nível de  $600 \text{ J ml}^{-1}$ , a quantidade de argila é de  $99 \text{ g kg}^{-1}$ , próximo à análise granulométrica padrão. Depois desse ponto, a quantidade de fração argila dispersa não difere muito, sugerindo que um aumento de energia emitida pelo aparelho de ultra-som poderia causar uma desintegração dos complexos organo-mineral. O material orgânico ligado a cada fração poderia também ser quebrado, com a aplicação de elevada energia, causando uma redistribuição da fração orgânica nas partículas minerais do solo (Figura 19).

Esses resultados estão de acordo com outros trabalhos recentes na literatura. Gregorich et al. (1988) determinando a energia calorimetricamente, mostrou que a energia entre  $450$  e  $500 \text{ J ml}^{-1}$  foi suficiente para obter similar quantidade de argila comparada à análise granulométrica padrão. Para vários solos de pradarias, uma energia de ultra-som similar ( $500 \text{ ml}^{-1}$ ) foi determinada por Amelung et al., (1998).



**Figura 19.** Quantidade de argila ( $\text{g kg}^{-1}$ ) em função da energia aplicada do ultra-som

### 3.6.3 Carbono na fração areia em função dos níveis de energia aplicados no ultra-som

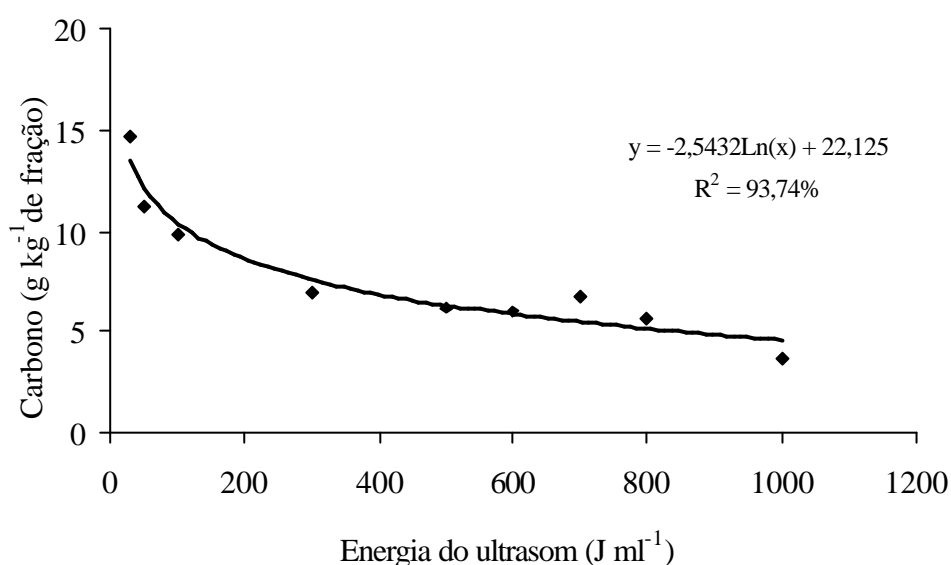
Foi avaliado como os diferentes níveis de energia de ultra-som aplicados afetaram o teor de carbono na fração areia. O teor de carbono orgânico na fração areia decresceu à medida que se aumentava a energia do aparelho até atingir um patamar (Figura 20).

Ao aplicar uma energia no ultra-som de  $30 \text{ J ml}^{-1}$ , pode-se observar um maior teor de carbono na fração. Isso significa que, deve estar ocorrendo uma quebra insuficiente dos agregados tamanho areia e, todo o carbono retido dentro dos agregados intactos (fração intra-

agregado) foi contabilizado junto com a fração areia, aumentando assim o teor de carbono. Esse fato pode ser comprovado pelos resultados observados para o  $d^{13}C$  da fração areia da MOS pois, neste mesmo nível de energia ( $30 \text{ J ml}^{-1}$ ), foi onde se observou valores mais próximos a vegetação anterior (mata), sugerindo ser oriundo de uma fração orgânica mais protegida (Figura 21).

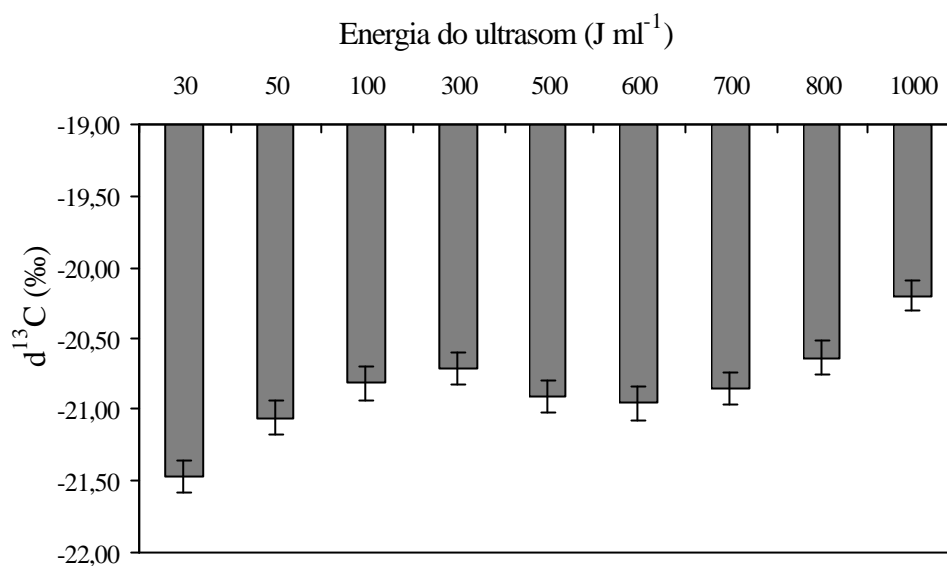
A tendência de redistribuição de carbono para outras frações pode ser observada na Figura 21. Quando foi aplicada uma energia de  $1000 \text{ J ml}^{-1}$ , ocorreu uma evidência da quebra das moléculas orgânicas, mudando a origem do carbono na fração areia, com valores mais próximos a plantas de ciclo fotossintético  $C_4$ . Entre os níveis de energia 300 e  $800 \text{ J ml}^{-1}$  tem uma tendência a um patamar.

Uma vez determinada a energia necessária ( $600 \text{ J ml}^{-1}$ ) para a dispersão dos agregados do solo, o próximo passo foi o fracionamento por densidade da MOS.



**Figura 20.** Efeito da energia do ultra-som aplicada no teor de carbono da fração areia da matéria orgânica do solo.





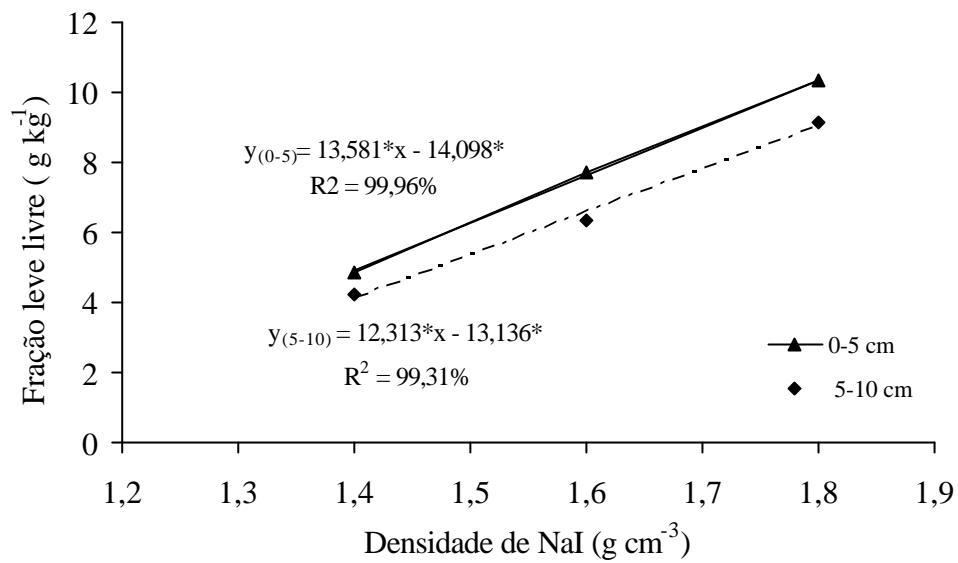
**Figura 21.** Efeito da energia do ultra-som aplicada no  $\delta^{13}\text{C}$  (‰) da fração areia da matéria orgânica do solo.

### 3.6.4. Fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI

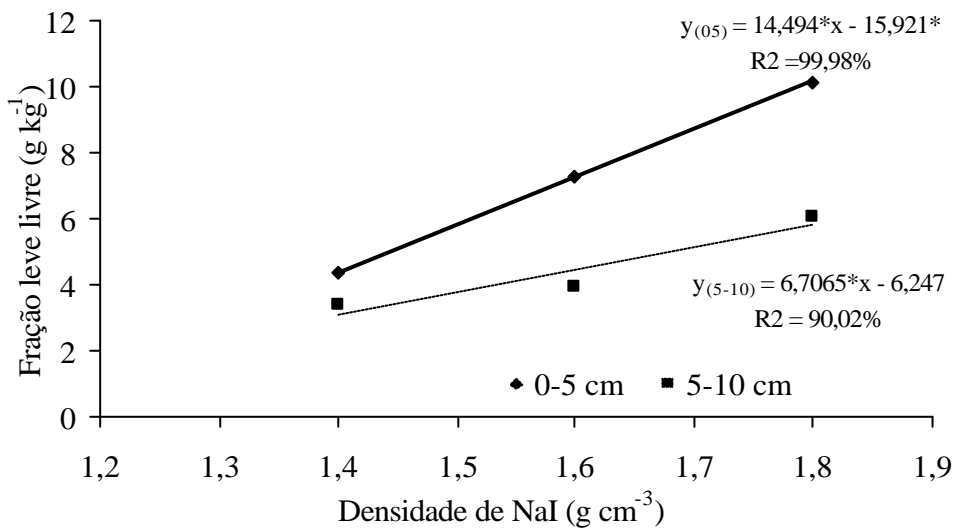
#### a) Fração leve livre

Ao avaliar a quantidade de fração leve livre (FLL) e intra-agregado (FLI) extraída em função das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio, observou-se que o modelo linear foi o que melhor se ajustou para explicar esse comportamento. Para a escolha do modelo, consideraram-se os seguintes critérios: o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e o desvio. Optou-se pelo modelo que apresentasse o maior  $R^2$ , com os seus respectivos coeficientes da equação significativos (teste F,  $P < 5\%$ ). Quando o desvio era significativo (Teste F,  $P < 5\%$ ), isso demonstrava que um outro modelo poderia se ajustar melhor, então, um outro ajuste para um novo modelo era feito e a sua aceitação era feita respeitando a significância dos coeficientes da equação.

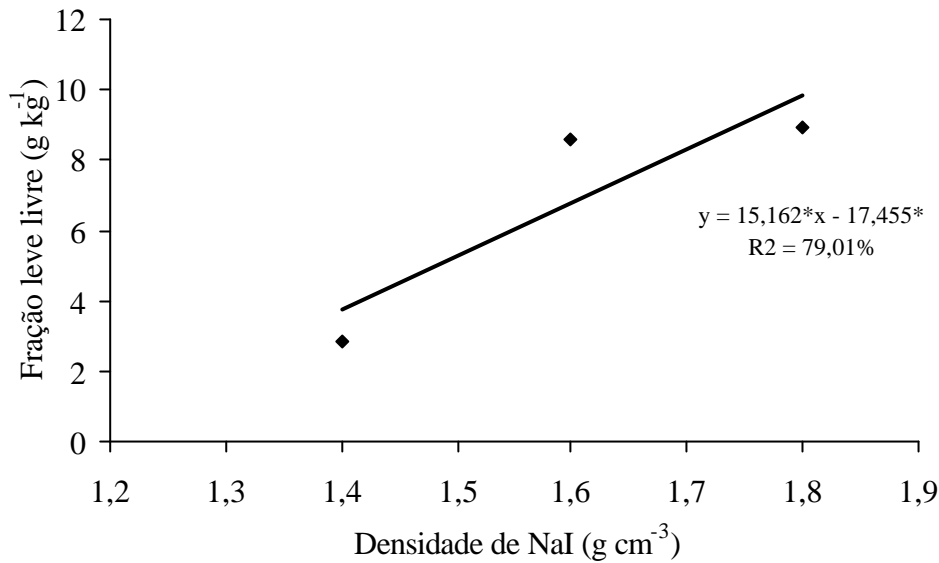
A análise da variância mostrou que a separação utilizando diferentes densidades foi um fator significativo ( $P < 5\%$ ) na quantidade de matéria orgânica livre extraída em todas as coberturas vegetais e profundidades avaliadas, com uma maior extração na densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  do que nas densidades de  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$  e  $1,4 \text{ g cm}^{-3}$  (Figuras 22, 23 e 24).



**Figura 22.** Massa da FLL ( $\text{g kg}^{-1}$  solo) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de braquiária (0-5 e 5-10 cm). \* Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ).



**Figura 23.** Massa da fração leve livre ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de capim elefante (0-5 e 5-10 cm). \* Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ).



**Figura 24.** Massa da fração leve livre ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm). \* Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ).

Num estudo realizado por Sohi (2001) também foi observado que uma maior quantidade de fração leve livre foi obtida utilizando uma solução de iodeto de sódio com densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  do que com densidades de  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$  e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ , num solo de textura arenosa. Em outros dois solos (textura média e argilosa), a quantidade de fração leve livre extraída foi igual para as três densidades consideradas. Isso demonstra que a textura do solo é um fator importante na extração da fração leve da MOS.

A fração leve livre, de acordo com Roscoe & Machado (2002) numa ampla revisão realizada nos solos de clima tropical e temperado, representa apenas uma pequena parte da massa total dos solos minerais, mas pode armazenar parte significativa do carbono e nitrogênio total. A quantidade de fração leve livre variava, para esses solos observados na literatura, entre 0,5-0,9 % da massa do solo para a área com braquiária e entre 0,4-1,0 % da massa do solo para a área com capim elefante. Para a área de mata, observou-se que a fração leve livre variava de 0,2-0,8% da massa do solo.

Enquanto a massa de solo representada pela fração leve livre nos diversos tipos de solos, climas e vegetações apresentavam valores entre 0,4-6,7% da massa do solo, a quantidade de carbono nesta mesma fração pode atingir valores superiores à 1/3 do carbono total da amostra. (Roscoe & Machado, 2002).

A quantidade do compartimento da fração leve livre é controlada primeiramente pela entrada de resíduos culturais no solo. Em sistemas dominados pela deposição superficial de liteira, como florestas, este acúmulo é mais acentuado que em sistemas onde predomina a deposição de liteira subterrânea (resíduos de raízes), como pastagens nativas e cultivadas (Roscoe, 2000; Roscoe & Machado, 2002). Em estudos anteriores revisados na literatura, observou-se que, como princípio geral, a quantidade de fração leve livre era diretamente proporcional à entrada de resíduos culturais adicionados ao solo.

Há outros fatores que podem afetar a quantidade de fração leve e a sua facilidade à decomposição. A qualidade da liteira, a aeração, a mineralogia, o estado físico do resíduo e a localização deste no solo (livre ou dentro dos agregados), o sistema de manejo no solo, a quantidade de nutrientes no solo, as características do solo que afetam a atividade dos

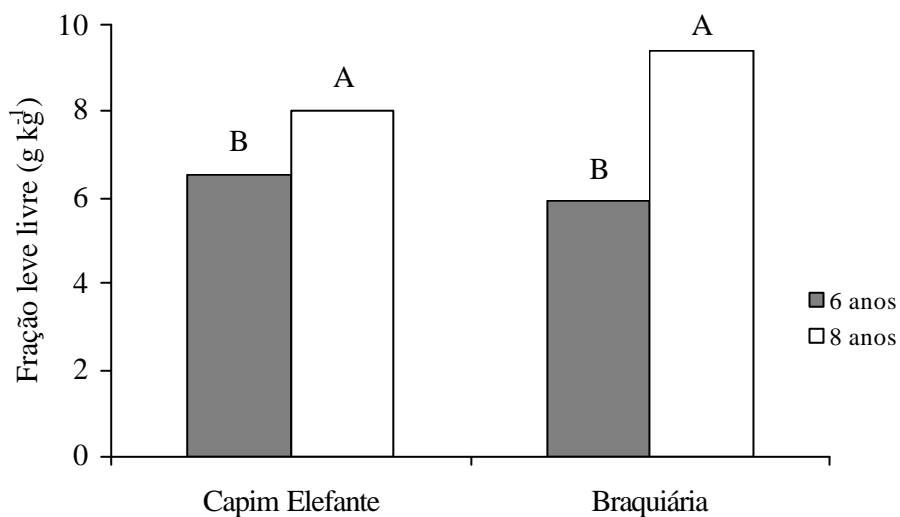
organismos decompositores são alguns fatores que afetam a quantidade de fração leve no solo (Theng et al., 1989).

As pastagens cultivadas tendem a manter as quantidades de fração leve livre, enquanto as áreas com culturas anuais sofrem reduções acentuadas em comparação a áreas nativas (Roscoe & Machado, 2002). Isso pode ser verificado ao avaliar a influência dos anos na quantidade acumulada de matéria orgânica não complexada. Onde, foi observado que houve uma diferença estatística significativa entre o 6º e o 8º ano na quantidade de fração leve livre para as áreas cobertas com pastagens de braquiária e de capim elefante.

Observou-se também, que uma maior quantidade de fração leve livre foi obtida após oito anos de implantação das pastagens. E que, a pastagem com braquiária acumulou maior quantidade de matéria orgânica livre no solo em relação à pastagem com capim elefante. Esse comportamento foi observado somente nos primeiros 5 cm de profundidade, onde normalmente há um maior acúmulo desta fração no solo.

Isso, provavelmente está relacionado a esta gramínea, que proporciona maior renovação da biomassa em comparação ao capim elefante e também devido ao seu desenvolvido sistema radicular.

Embora haja inúmeros fatores que contribuam para a decomposição da fração leve livre nos solos, há somente um único mecanismo de proteção desta matéria orgânica não complexada à decomposição, a recalcitrância intrínseca do material vegetal constituinte desta fração. Para as pastagens, que contém moléculas mais complexas como lignina, cutina e suberina tendem a sofrer um processo mais lento de decomposição comparativamente a moléculas mais simples como carboidratos e proteínas, sendo então, mais recalcitrantes no ambiente quando comparadas com o material vegetal da cobertura sob mata. Isso pode também explicar as baixas quantidades de fração leve encontrada na mata em comparação às encontradas nas áreas de pastagens.



**Figura 25.** Massa da fração leve livre ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo), após 6 e 8 anos de implantação das pastagens de braquiária e capim elefante (0-5 cm). Letras maiúsculas distintas dentro de uma mesma cobertura vegetal, diferem entre si para ano, pelo Teste de Scott-Knott ( $P < 5\%$ ).

Foram observadas quantidades diferentes de material vegetal incorporado no solo pelas diferentes culturas, para os dois anos avaliados. Havendo uma interação significativa entre a densidade da solução de iodeto de sódio e o tempo, no solo sob cobertura vegetal de braquiária e capim elefante. Na profundidade 0-5 cm, os valores de F foram significativos para os dois anos (6º e 8º). Na profundidade 5-10 cm, somente o sexto ano demonstrou uma

interação estatística significativa (Tabela 6). Sabe-se que a quantidade de fração leve nos solos apresenta maior variabilidade espacial e sazonal que as demais frações orgânicas (Spycher et al., 1983).

**Tabela 6.** Valores de F para a interação das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio adicionado e o tempo, no solo sob cobertura vegetal de braquiária e capim elefante.

Interação Densidade/Tempo	Braquiária		Capim elefante	
	0-5 cm		5-10 cm	
Densidade/6º ano	0,000261*	0,0037*	0,0026*	0,0373*
Densidade/8ºano	0,000255*	0,0041*	0,097 <sup>ns</sup>	0,0643 <sup>ns</sup>

\* - Significativo e <sup>ns</sup> - não significativo (Teste F, P< 0,05).

#### b) Fração leve intra-agregado

O modelo linear também foi o que melhor se ajustou para a quantidade de fração leve intra-agregado, extraída em função das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio adicionados. Os resultados da análise da variância demonstraram que houve diferença estatística significativa entre as densidades da solução de iodeto de sódio adicionadas e a quantidade de fração leve intra-agregado extraída (Figura 26).

A fração leve intra-agregado apresentou o mesmo comportamento da fração leve livre, onde também se observou que a solução de iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> foi o que extraiu maior quantidade de FLI para todas as coberturas vegetais avaliadas, conforme era esperado (Figuras 26, 27 e 28).

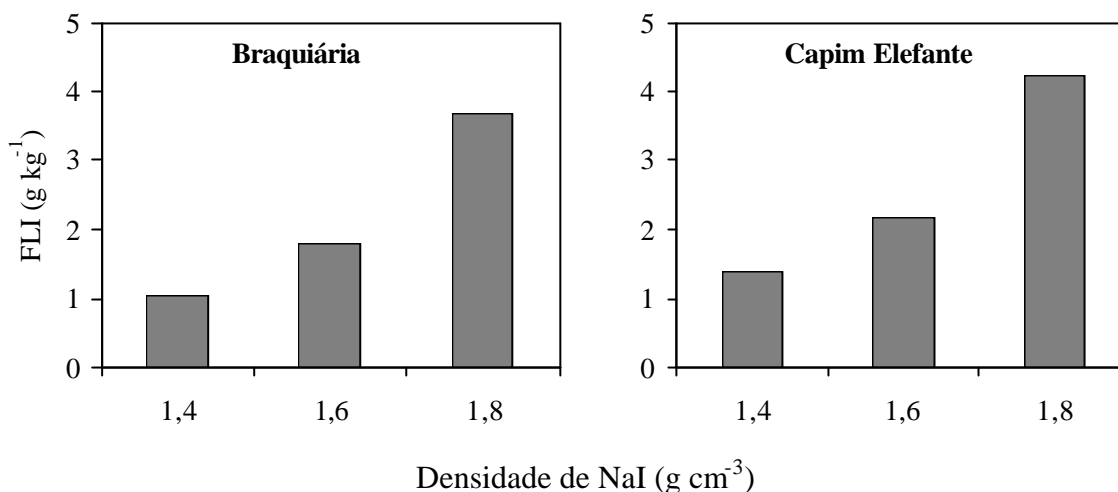
Esses resultados são similares ao estudo conduzido por Sohi (2001) onde, ao contrário da fração leve livre, a quantidade de fração leve intra-agregado obtida para os três solos (textura arenosa, média e argilosa) foi altamente dependente da densidade da solução, e que maior quantidade de FLI foi obtida para a solução de iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup>.

Isso demonstra que não só a perfeita calibração do aparelho de ultra-som é importante na extração da fração leve intra-agregado, mas a densidade da solução também estaria influenciando na obtenção desta fração. A calibração do ultra-som já foi realizada com o objetivo de romper os agregados do solo, deixando intacto os complexos organo-mineral primários. Sendo assim, é provável que haja uma pequena contaminação da matéria orgânica ligada a fração pesada utilizando uma densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup>.

Em estudos feitos utilizando microscopia eletrônica, foi constatado que a matéria orgânica está intimamente associada com a parte mineral do solo (Turchenek & Oades, 1978; Spycher et al., 1983; Christensen, 1985; Tiessen & Stewart, 1983, 1988). E que, evidências circunstanciais já observadas, sugerem que o desprendimento da MOS dos complexos organo-minerais é quantitativamente insignificante (Christensen, 1992). Este autor ressaltou que os resultados baseados em limitada dispersão dos solos são difíceis de interpretar, pela natureza e proporção de cada componente da MOS.

A fração leve intra-agregado ou fração oclusa representou entre 0,11 a 0,45 % da massa total do solo nas áreas de pastagens (0-5 e 5-10 cm) e, entre 0,20 a 0,30 % da massa total do solo na área de mata (Figura 28). Segundo Roscoe e Machado (2002), a fração leve

oclusa pode variar entre 0,1-26% da massa total de solos na camada superficial. Essa variação depende primeiramente da mineralogia e do uso e cobertura do solo.



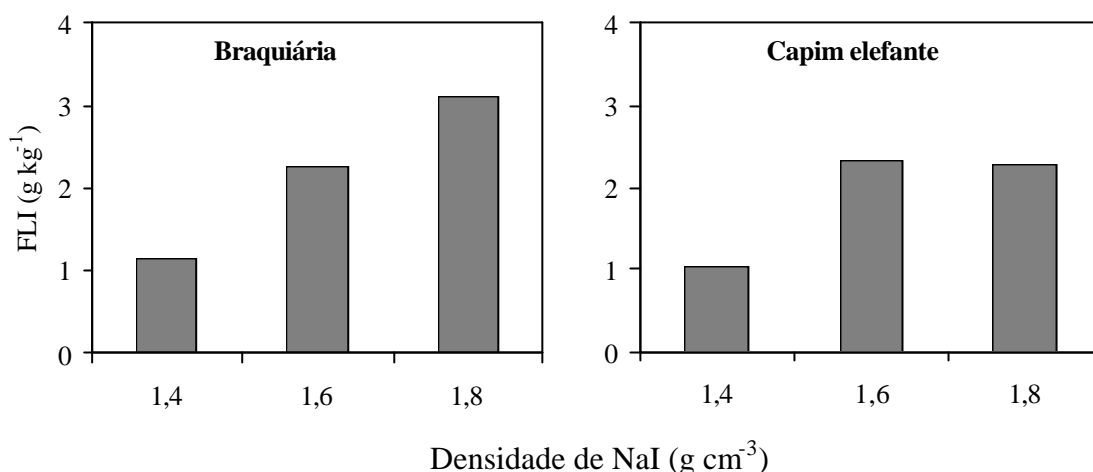
**Figura 26.** Massa da fração leve intra-agregado ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob coberturas de pastagens de braquiária e capim elefante (0-5 cm).

Os maiores valores foram observados nas áreas sob braquiária (0,37% da massa total do solo) e capim elefante (0,42% da massa total do solo), em 0-5 cm de profundidade. Há fatores que podem influenciar a quantidade de fração leve intra-agregado e a sua facilidade à decomposição nos solos. Ao contrário da fração leve livre, que é primeiramente controlada pela entrada de resíduos culturais no solo, a fração oclusa está mais relacionada com a mineralogia do solo e o tipo de manejo adotado.

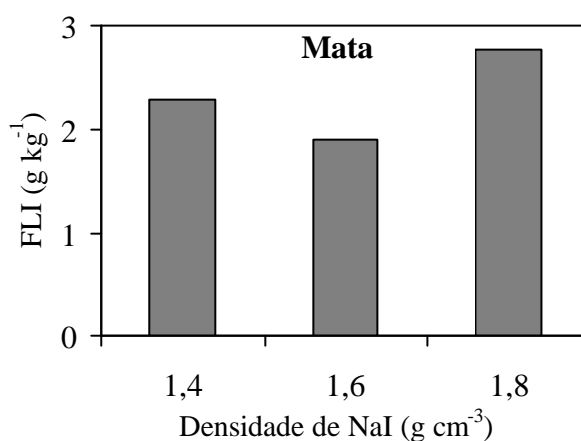
O Argissolo Vermelho Amarelo em estudo apresenta nas camadas superficiais uma textura franco-arenosa ( $150 \text{ g kg}^{-1}$  de argila). Esse solo apresenta uma mineralogia dominada por minerais primários de quartzo e feldspato, o que parece conferir-lhes uma pequena capacidade de armazenamento de fração leve oclusa. A estrutura natural desse solo seria de muito fraca a fraca se não houvesse o importante papel da matéria orgânica adicionada pelas pastagens de braquiária e de capim elefante. Essa matéria orgânica estaria agindo como um agente cimentante nas partículas minerais de baixa carga contribuindo assim, para a formação de agregados mais estáveis.

Num trabalho realizado por Roscoe et al. (2001) num Latossolo Vermelho Escuro sob cobertura de pastagens, observou-se uma quantidade de fração intra-agregado de 0,10 a 0,16 % em relação à massa de solo total. Roscoe & Buurman (2003) observaram para um Latossolo Vermelho Escuro sob vegetação de cerrado que 0,17% da massa total deste solo era fração leve intra-agregado. Já sob cultivo de milho em plantio direto e convencional, observou-se que a fração leve intra-agregado era 0,14 e 0,11% da massa total do solo, respectivamente.

Observa-se que assim como para a fração leve livre, houve um aumento estatístico significativo de fração leve intra-agregado do sexto para o oitavo ano de implantação da pastagem de braquiária de 32%, na profundidade de 0-5 cm. As raízes dessa gramínea devem ser as principais responsáveis por esse aumento, não só adicionando a MOS, mas também aproximando as partículas minerais e orgânicas do solo para a formação dos agregados.



**Figura 27.** Massa da fração leve intra-agregado ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de pastagens de braquiária e capim elefante (5-10 cm).



**Figura 28.** Massa da fração leve intra-agregado ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) extraída com solução de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm).

Assim como observado para a fração leve livre, a quantidade de fração leve intra-agregado também decresceu com a profundidade. Em muitos casos, a quantidade de FLI tende a ser desprezível abaixo da camada superficial, uma vez que a agregação e o teor de carbono também diminuem com a profundidade.

### 3.6.5. Carbono da fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI

#### a) Fração leve livre

A análise da variância mostrou que a separação por densidade também foi um fator significativo ( $P < 5\%$ ) na extração da matéria orgânica livre em todas as coberturas vegetais avaliadas, apresentando um maior teor de carbono orgânico na FLL na densidade de  $1,4 \text{ g cm}^{-3}$  do que nas densidades de  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$  e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  (Figuras 29 e 30).

Ao contrário da massa da FLL, o carbono foi maior quando foi utilizada a densidade de  $1,4 \text{ g cm}^{-3}$ . Esse resultado era esperado pois, utilizando solução de iodeto de sódio com essa densidade ( $1,4 \text{ g cm}^{-3}$ ) consegue-se extrair matéria orgânica com menor quantidade de cinzas ou fração mineral. No processo de separação da matéria orgânica livre por densidade, o NaI com peso específico de  $1,4 \text{ g cm}^{-3}$  extraiu, como visto anteriormente, menores quantidades de FLL, flotando somente a matéria orgânica com peso menor que  $1,4 \text{ g cm}^{-3}$ , que seriam, provavelmente, àquelas em estágio menos avançado de decomposição.

Numa revisão mais atualizada realizada por Gregorich et al. (2006), os autores observaram que variações na densidade da solução empregadas no fracionamento por densidade da MOS podem resultar em diferenças na quantidade e composição da matéria orgânica extraída. Os autores observaram que a relação C:N da fração leve da MOS estava entre 17 e 22, quando era utilizadas soluções com densidades entre  $1,0$  e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  e, entre 10 e 17, quando se utilizava soluções com densidade entre  $1,8$  a  $2,2 \text{ g cm}^{-3}$ . A maior relação C:N em soluções de baixa densidade ( $< 1,8 \text{ g cm}^{-3}$ ) reflete a dominante influência dos constituintes das plantas (Ex. lignina), no entanto em elevadas densidades a fração isolada contém mais partículas minerais na matéria orgânica, apresentando menor relação C:N.

À medida que o processo de decomposição avança, a matéria orgânica tende a se ligar à parte mineral do solo, aumentando assim a sua densidade específica. Pequenas quantidades de partículas minerais na fração leve podem influenciar no conteúdo de nutrientes (Anderson & Flanagan, 1989).

Ao extrair tecidos de vegetais da camada superficial de alguns solos florestais através de repetidas flotações em iodeto de sódio com densidade de  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ , Sollin et al. (1984) observou proporções variáveis de MOS que estavam presentes como fração leve.

A área de mata acumulou maior concentração de carbono na FLL comparado com as áreas sob pastagens (Tabela 7). Roscoe & Machado (2002) observaram que não há uma clara tendência para o acúmulo de carbono orgânico na FLL, entretanto os teores tendem a ser mais elevado em solos sob vegetação nativa. Golchin et al. (1994) observaram valores de carbono na fração leve livre sob mata de 283, 258 e  $301 \text{ g kg}^{-1}$  de fração, para solos de clima subtropical. Para pastagem em clima temperado foi observado um teor de carbono de  $226 \text{ g kg}^{-1}$  de fração (Parfitt et al., 1997). Num Latossolo Vermelho Escuro, Roscoe & Buurman (2003) observaram valores de carbono na FLL de  $258 \text{ g kg}^{-1}$  de fração em vegetação de cerrado, 210 e  $240 \text{ g kg}^{-1}$  de fração sob cobertura de milho em plantio direto e plantio convencional, respectivamente.



**Tabela 7.** Teores de carbono na fração leve livre ( $\text{g kg}^{-1}$  de fração) em função das três densidades avaliadas, para o solo sob cobertura de braquiária e capim elefante, com os respectivos coeficientes da equação ( $b_0$  e  $b_1$ ) e o coeficiente de determinação ( $R^2$ ).

Densidades	Braquiária	Capim elefante	Braquiária	Capim elefante	Mata
( $\text{g cm}^{-3}$ )		0-5 cm		5-10 cm	0-10 cm
1,8	100,80	96,90	103,0	127,50	155,40
1,6	115,90	117,40	122,50	184,60	238,10
1,4	179,70	176,70	202,10	184,20	274,50
$b_0$	44,773*	44,976*	53,878*	39,240*	69,935*
$b_1$	-19,723*	-19,960*	-24,763*	-14,181*	-29,790*
$R^2$ (%)	88,73	92,71	89,08	74,55	95,23

\* significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ).

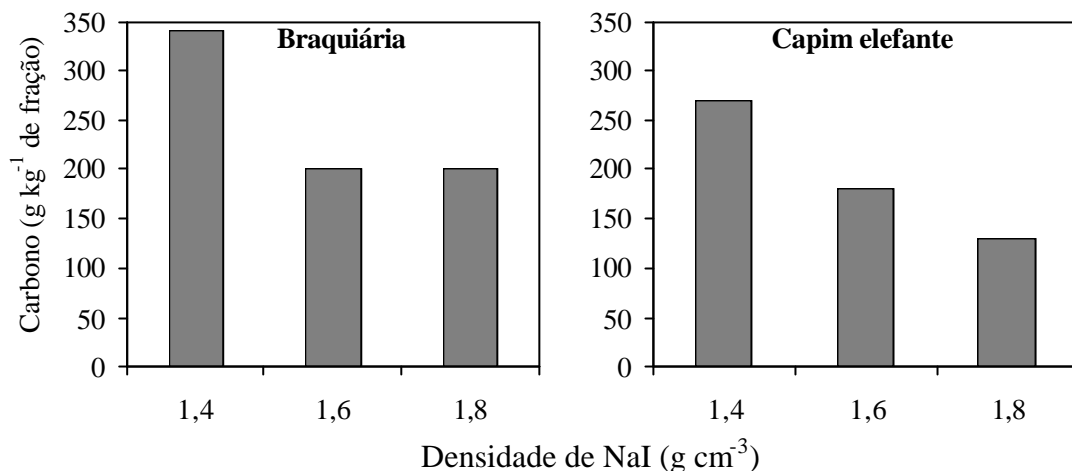
#### **b) Fração leve intra-agregado**

Os resultados da análise da variância demonstraram que, assim como o carbono na fração leve livre, houve diferença estatística significativa entre as soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio adicionadas e o teor de carbono orgânico na fração leve intra-agregado (Figuras 29 e 30).

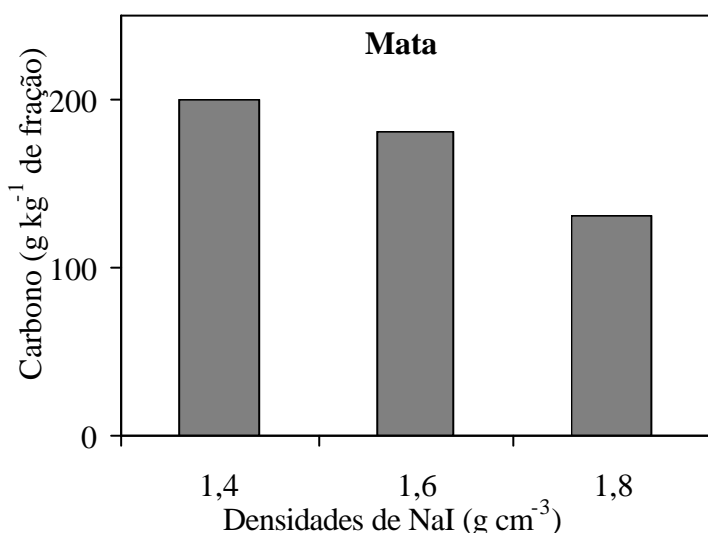
O que está provavelmente acontecendo com a fração leve intra-agregado foi o mesmo que aconteceu com a fração leve livre, ou seja, está se recuperando mais material mineral em conjunto com a fração orgânica, com o aumento da densidade da solução de NaI aplicado.

Com relação à cobertura vegetal instalada na área, pode-se observar que, a pastagem de braquiária promoveu um maior acúmulo de carbono na fração leve intra-agregado no solo. E que, o carbono na FLI da cobertura de capim elefante foi muito similar com o carbono na FLI da cobertura de mata (Figura 29 e 30).

A pastagem de braquiária apresentou valores de carbono na FLI variando de 200 a 341  $\text{g kg}^{-1}$  de fração, na ordem decrescente de densidade de 1,8 a 1,4  $\text{g cm}^{-3}$  de iodeto de sódio adicionado. Roscoe et al. (2001) observaram valores de carbono na fração leve intra-agregado para pastagem, num Latossolo Vermelho no cerrado, de 352  $\text{g kg}^{-1}$  de fração, utilizando solução com densidade de 1,8  $\text{g cm}^{-3}$ .



**Figura 29.** Teores de carbono orgânico da fração leve intra-agregado ( $\text{g kg}^{-1}$  de fração) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de braquiária e capim elefante (0-5 cm).



**Figura 30.** Teores de carbono orgânico da fração leve intra-agregado ( $\text{g kg}^{-1}$  de fração) extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura de mata (0-10 cm).

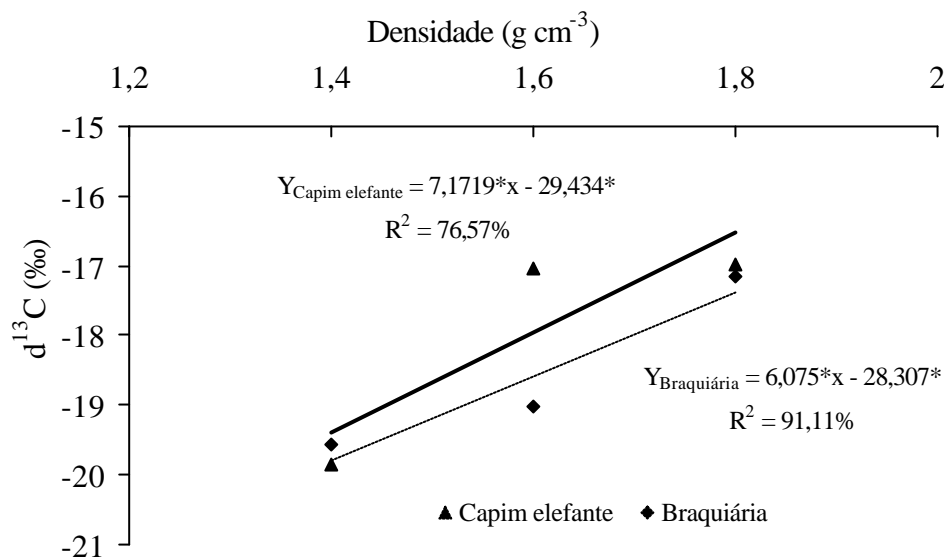
### 3.6.6. $\text{d}^{13}\text{C}$ da fração leve em função da separação com solução de diferentes densidades de NaI

#### a) Fração leve livre

Somente na primeira profundidade (0-5 cm), foi observada diferença estatística significativa entre a influência da densidade de iodeto de sódio usada na separação da FLL e os valores de  $\text{d}^{13}\text{C}$ . Mostrando que os valores de  $\text{d}^{13}\text{C}$  da fração leve da MOS aumentaram em função do aumento da densidade da solução de iodeto de sódio. E que, a densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  foi onde se observou valores de  $\text{d}^{13}\text{C}$  mais próximos à vegetação atual.

Nas profundidades inferiores, não foi observada uma diferença significativa entre a influência da densidade de iodeto de sódio usada na separação da FLL e os valores de  $\text{d}^{13}\text{C}$ .

Como há uma menor contribuição da vegetação atual (pastagens) nessa profundidade, deve ter sido coletado material menos homogêneo, conseqüentemente, resultando em dados erráticos.



**Figura 31.**  $\delta^{13}\text{C}$  (‰) da fração leve livre extraída com soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio, no solo sob cobertura vegetal de braquiária e de capim elefante (0-5 cm). \* Significativo pelo teste F ( $P < 5\%$ ).

#### b) Fração leve intra-agregado

Os resultados da análise da variância para o  $\delta^{13}\text{C}$  da fração leve intra-agregado demonstraram não haver diferença estatística significativa entre as três densidades de iodeto de sódio avaliadas. Com exceção para a área de mata, onde as densidades diferiram estatisticamente para o  $\delta^{13}\text{C}$  na fração leve intra-agregado.

Os valores de  $\delta^{13}\text{C}$  demonstraram haver uma mistura de material orgânico oriundo da vegetação atual (pastagens) e da vegetação nativa. Com valores de  $\delta^{13}\text{C}$  de -20,0‰ e -21,3‰ para o solo sob braquiária e capim elefante (0-5 cm), respectivamente. Roscoe et al. (2001) observaram que, depois de 23 anos de pastagem, somente 19 % do carbono orgânico era originário da pastagem na fração leve intra-agregado.

Apesar de não haver diferença em se utilizar iodeto de sódio com densidade de 1,4; 1,6 ou 1,8 g cm<sup>-3</sup> para o  $\delta^{13}\text{C}$  da fração leve intra-agregado, os resultados da massa da FLI em função da densidade demonstram que, o iodeto de sódio com densidade de 1,8 g cm<sup>-3</sup> foi a que extraiu maior quantidade de FLI, assim como visto para a FLL. O comportamento desta fração oclusa foi muito similar ao da fração leve livre com relação às densidades de iodeto de sódio adicionadas, o que era de se esperar, pois se trata de uma mesma fração (fração leve), com uma diferença que é a sua localização no solo. Uma está protegida no interior dos agregados do solo e a outra fração está livre, o que faz com que tenham um grau de humificação diferente.

Não houve diferença estatística significativa entre a influência das soluções de diferentes densidades de iodeto de sódio avaliadas e o  $\delta^{13}\text{C}$  da fração leve intra-agregado. Porém, ao verificar a interação das diferentes densidades da solução de iodeto de sódio em função do tempo, observa-se que, no oitavo ano houve diferença estatística significativa entre as densidades de iodeto de sódio adicionadas e o  $\delta^{13}\text{C}$  da fração leve intra-agregado, na camada de 0-5 cm de profundidade (Tabela 10).

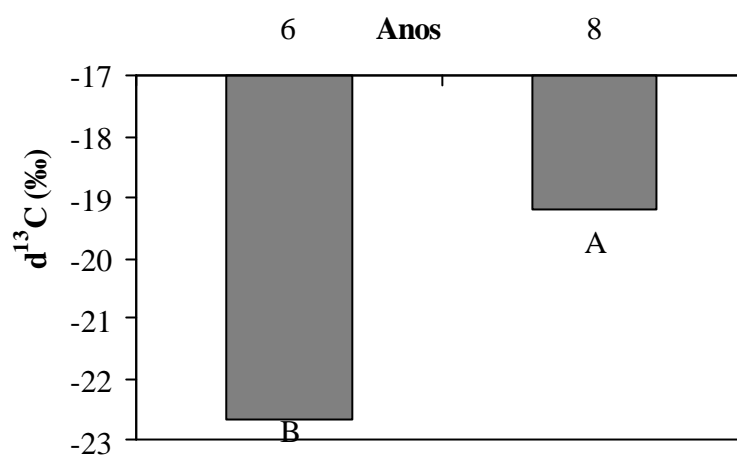
**Tabela 8.** Valores de F para a interação densidade/ano nas coberturas de braquiária e capim elefante.

Interação	Braquiária		Capim elefante	
	0-5 cm	5-10 cm	0-5 cm	5-10 cm
Densidade/6º ano	0,2375	0,7468	0,4052	0,5118
Densidade/8º ano	0,0044*	0,3897	0,0478*	0,8944

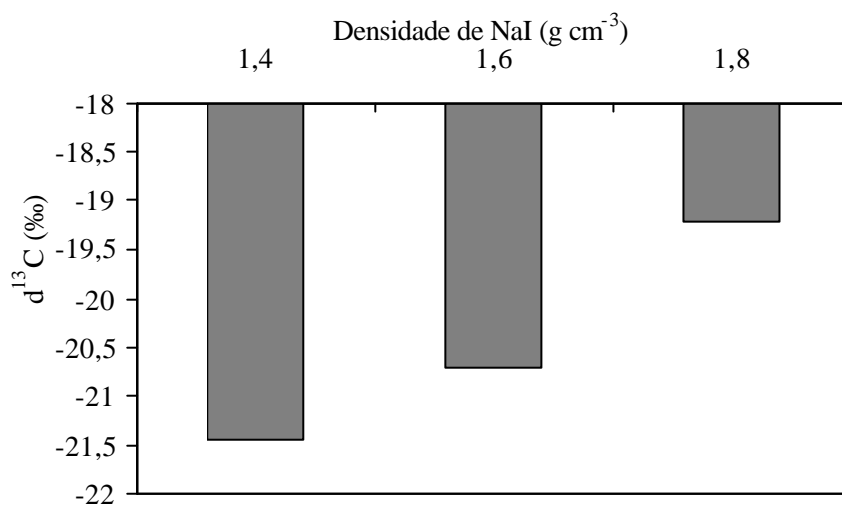
\* Significativo pelo teste F (p<5%).

A fração leve intra-agregado fica protegida da decomposição, portanto, sua taxa de ciclagem é bem menor quando comparada com a fração leve livre. Como consequência, há uma maior preservação da matéria orgânica da vegetação anterior (mata), tornando o material orgânico bastante heterogêneo, com carbono oriundo da vegetação anterior e da vegetação atual.

No oitavo ano, o peso da fração leve intra-agregado foi estatisticamente superior quando comparado ao sexto ano. Essa adição de novo material orgânico oriundo da pastagem deve estar contribuindo para a formação de mais agregados estáveis com subsequente oclusão deste material orgânico nos agregados. Isso pode estar contribuindo na diferenciação das densidades de iodeto de sódio e o  $d^{13}C$  da fração leve intra-agregado (Figura 32). Além disso, a densidade de iodeto de sódio de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  foi a única que conseguiu diferir estatisticamente entre os anos (6º e 8º ano), apresentando valores de  $d^{13}C$  da FLI menos negativo (-19,22‰) em comparação as outras densidades avaliadas, sendo mais próximos da vegetação atual instalada, a pastagem de braquiária (0-5 cm) (Figura 33).



**Figura 32.** δ<sup>13</sup>C da fração leve intra-agregado após 6 e 8 anos de implantação das pastagens de braquiária (0-5 cm). Letras maiúsculas distintas são diferentes entre si para ano, pelo Teste de Scott-Knott (P<5%).



**Figura 33.** δ<sup>13</sup>C da fração leve intra-agregado sob diferentes densidades de NaI, após 8 anos de implantação das pastagens de braquiária (0-5 cm).

### 3.7 CONCLUSÕES

- a) Para o solo Argissolo Vermelho-Amarelo estudado, a energia de dispersão adequada para romper os agregados foi de  $600 \text{ J ml}^{-1}$  de solo, sendo que menor quantidade de energia resultou em limitada dispersão dos agregados. Essa energia pode ser utilizada como um índice de estabilidade do microagregado (IE) desse solo.
- b) Os resultados mostraram que para se obter uma extração eficiente da matéria orgânica livre, a separação com solução de densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  foi adequada.
- c) A densidade da solução de iodeto de sódio foi um fator importante para a extração da fração leve intra-agregado para as condições edafoclimáticas avaliadas. Assim como para a fração leve livre, a extração da fração leve intra-agregado foi mais eficiente utilizando a densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$  de iodeto de sódio.

#### 4 CONCLUSÕES GERAIS

O sistema de manejo sem a queima da palhada proporcionou maior estoque de carbono na camada superficial do solo e maior estoque de nitrogênio nas camadas superficial e na camada até 100 cm de profundidade. Foi o sistema que preservou mais carbono da vegetação original do solo e da vegetação atualmente instalada. Sendo, o sistema mais adequado para as condições edafo-climáticas avaliadas.

A densidade da solução de iodeto de sódio foi um fator importante para a extração da fração leve livre e intra-agregado para as condições edafoclimáticas avaliadas. Os resultados de  $\delta^{13}\text{C}$  foram claros quanto à origem do carbono nas frações leves da MOS, mas a utilização de estudos complementares com o uso de métodos espectroscópicos torna-se de extrema importância, visando referendar o valor de densidade de iodeto de sódio indicado neste estudo. É importante ressaltar que, a técnica de espectroscopia da região do infravermelho está sendo feita para dar continuidade a esse tema de estudo.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Em relação ao Capítulo 1, a possibilidade de obter créditos de carbono através do maior estoque de carbono no sistema cana crua fez com que os técnicos responsáveis pela usina de cana-de-açúcar LAGRISA (ES) optassem em fazer a colheita da cana sem a utilização do fogo. Além disso, eles estão ainda mais atentos em relação ao grande potencial dos resíduos da cana-de-açúcar serem utilizados como fontes de energia.

No Capítulo 2 alguns problemas que foram observados ao realizar o fracionamento da MOS por densidade e que devem ser criteriosamente avaliados:

- a) Remoção de água e ar da superfície e das cavidades dos microagregados;
- b) A quebra dos agregados com a manutenção do processo de dispersão durante toda etapa do fracionamento por densidade;
- c) Remoção dos líquidos pesados adsorvidos nas partículas minerais do solo;
- d) Contaminação das frações leves com as partículas minerais do solo e,
- e) Conforme mencionado no Capítulo I, a grande dificuldade encontrada ao realizar o fracionamento da MOS por densidade em solos que contém quantidades elevadas de carvão.



## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALEGRE, J. C. & CASSEL, D. K. Effect of land clearing methods and post-clearing management on aggregate stability and organic carbon content of a soil in the humid tropics. **Soil Science**, v.142, p.289-295,1991.

ALVAREZ, I. A.; CASTRO, P. R. de C.; NOGUEIRA, M. C. S. Crescimento de raízes de cana crua e queimada em dois ciclos. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 57, p. 653-659, 2000.

ALVES, B. J. R.; SANTOS, J. C. F.; BODDEY, R. M. Métodos de determinação do nitrogênio em solo e planta. In: HUNGRIA, M. E.; ARAÚJO, R. S. (Ed.). **Manual de métodos empregados em estudos de microbiologia agrícola**. Brasília, DF: EMBRAPA-SPI. p. 449-469. (EMBRAPA-CNPAC. Documentos, 46), 1994.

ALVES, B. J. R.; ZOTARELLI, L.; BODDEY, R. M.; URQUIAGA, S. Soybean benefit to a subsequent wheat cropping system under zero tillage. In: **Nuclear Techniques in Integrated Plant Nutrient, Water and Soil Management**. IAEA, Viena, p. 87-93, 2002.

AMELUNG, W.; ZECH, W.; ZHANG, X.; FOLLET, R. F.; TIESSEN, H.; KNOX, E., FLACH, K.W. Carbon, nitrogen and sulfur pools in particle size fractions as influenced by climate. **Soil Science Society of America Journal**, v. 62, p.172-181, 1998.

AMELUNG, W.; ZECH, W. Minimization of organic matter disruption during particle-size fractionation of grassland epipedons. **Geoderma**, v. 92, p. 73-85, 1999.

ANJOS, L. H. C. dos. **Caracterização, gênese, classificação e aptidão agrícola de uma seqüência de solos do Terciário na região de Campos-RJ**. 194p. Dissertação (Mestrado em Agronomia - Ciência do Solo) - Instituto de Agronomia, 1985.

BAES, A., BLOOM, P. Diffuse reflectance and transmission Fourier transformation infrared (DRIFT) spectroscopy of humic and fulvic acids. **Soil Science Society of American Journal**, v. 53, p. 695-700, 1989.

BALDOCK, J. et al., Assessing the extent of decomposition of natural organic materials using solid state  $^{13}\text{C}$  NMR spectroscopy. **Australian Journal of Soil Research**, Collingwood, v.35, p. 1061-1083, 1992.

BALESDENT, J.; MARIOTTI, A.; GUILLET, B. Natural  $^{13}\text{C}$  abundance as a tracer for studies of soil organic matter dynamics. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 19, p. 25-30, 1987.

BALESDENT, J.; MARIOTTI, A.; BOISGONTIER, D. Effect of tillage on soil organic carbon mineralization estimated from  $^{13}\text{C}$  abundance in maize fields. **Journal Soil Science**, v. 41, p. 587-596, 1990.

BALESDENT, J. & MARIOTTI, A. Measurement of soil organic matter turnover using  $^{13}\text{C}$  natural abundance. In: BOUTTON, T.W.; YAMASAKI, S. (Eds.). **Mass spectrometry of soil**. Marcel Dekker, Ney York, pp. 83-111, 1996.

BARRIOS, E.; BURESH, R. J.; SPRENT, J. I. Organic matter in soil particle size and density fractions from maize and legume cropping systems. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 28, p. 185-193, 1996.

BAYER, C.; MIELNICZUCK, J. Características químicas do solo afetadas por métodos de preparo e sistemas de cultura. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 21, p. 105-112, 1997.

BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUCK, J.; CERETTA, C. A. Effect of no-tillage cropping systems on soil organic matter in a sand clay loam Acrisol from Southern Brazil monitored by electron spin resonance and nuclear magnetic resonance. **Soil & Tillage Research**, v. 53, p. 95-104, 2000.

BAYER, C.; MIELNICZUCK, J. Características químicas do solo afetadas por métodos de preparo e sistemas de cultura. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 21, p. 105-112, 2002.

BENITES, V.; MADARI, B.; MACHADO, P. L. O. A. Extração e fracionamento quantitativo de substâncias húmicas do solo: um procedimento simplificado de baixo custo. EMBRAPA-CNPS, **Comunicado Técnico**, 2003.

BODDEY, R. M.; JANTALIA, C. P.; MACEDO, M.; OLIVEIRA, O. C. de; RESENDE, A. S.; ALVES, B. J. R.; URQUIAGA, S. Potential of carbon sequestration in soils of the Atlantic forest region of Brazil. In: LAL, R.; CERRI, C.; BERNOUX, M.; ETCHEVERS, J.; CERRI, E. (Ed.). **Carbon sequestration in soils of Latin America**. New York: Haworth, 2006. p. 305- 348, 2006.

BONDE, T. A., CHRISTENSEN, B. T., CERRI, C. C. Dynamic of soil organic matter as reflected by natural <sup>13</sup>C abundance in particle size fractions of forested and cultivated oxisols. **Soil Biology and Biochemistry**, 24:275-277, 1992.

BOUTTON, T. W. Stable carbon isotopic ratio of soil organic matter and their use as indicators of vegetation and climate change. In: BOUTTON, T.W.; YAMASAKI, S. (Eds.). **Mass spectrometry of soil**. Marcel Dekker, New York, p. 47-92, 1996.

BREMNER, J. M. Some observations on the oxidation of soil organic matter in the presence of alkali. **Journal of Soil Science**, v. 1, p. 198-204, 1950.

BUCHA, V. Influence of earth's magnetic field on radiocarbon dating. In: OLSSON, **Radiocarbon** variations and absolute chronology. I.U. (Ed.). Stockholm: Almqvist and Wiksell. p. 501-510, 1970.

CADISH, G. & GILLER, K. E. Estimating the contribution of legumes to soil organic matter build up in mixed communities of C3/C4 plants. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 28, p. 823-825, 1996.

CAMBARDELLA, C. A., ELLIOTT, E. T. Particulate soil organic matter changes across a grassland cultivation sequence. **Soil Science Society of America Journal**, v. 56, p. 777-783, 1992.

CAMPOS, D. V. B de. **Uso da técnica de  $^{13}\text{C}$  e fracionamento físico da material orgânica em solos sob cobertura de pastagens e cana-de-açúcar na região da Mata Atlântica.** 220p. Tese (Doutorado em Agronomia – Ciência do Solo). Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2003.

CANELLAS, L. P.; MORAES, A. A.; RUMJANEK, V. M.; SANTOS, G. A. Métodos complementares. In: SANTOS, G. A. E CAMARGO, F. A. O. **Fundamentos da matéria orgânica do solo. Ecossistemas tropicais e subtropicais.** Genesis, Porto Alegre, RS: 413-436, 1999.

CAPRIEL, P. Hydrophobicity of organic matter in arable soils: influence of management. **European Journal of Soil Science**, v. 48, p. 457-462, 1997.

CARTER, M .R. Organic matter and sustainability. In: REES, R. M., BALL, B. C., CAMPBELL, C. D. AND WATSON, C. A. (Edts) **Sustainable management of soil organic matter.** CABI Publishing. p. 9-22, 2001.

CATROUX, G.; SCHINITZER, M. Chemical, spectroscopic, and biological characteristics of the organic matter in particle size fractions separated from na Aquoll. **Soil Science Society of America Journal**, v. 15, p. 1200-1207, 1987.

CEDDIA, M. B. **Efeitos do sistema de corte na produção de cana-de-açúcar e em propriedades físicas de solo de tabuleiro no Espírito Santo.** 94p. Dissertação (Mestrado em Agronomia - Ciência do Solo) - Instituto de Agronomia. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 1998.

CERRI, C.; FELLER, C.; BALESANT, J.; VICTORIA, R.; PLENECASSEGNE, A. Application du traçage isotopique naturel en  $^{13}\text{C}$  à l'étude de la dynamique de la matière organique dans lês sols. **C.R. Acad. Sci. Paris** 11 v. 9, p. 423-428, 1985.

CHRISTENSEN, B. Carbon and nitrogen in particle size fractions isolated from Danish arable soils by ultrasonic dispersion and gravity sedimentation. **Acta Agriculturae Scandinavica**, Copenhagen, v. 35, p., n.2, p. 175-187, 1985.

CHRISTENSEN, B. T. Physical fractionation of soil organic matter in primary particle size and density separates. **Advances in Soil Science**, v. 20, p. 1-90, 1992.

CHRISTENSEN, B. T. Structure and organic matter storage in agricultural soils. **Advances in Soil Science**, Boca Raton, CRC Press. p. 143-159, 1996.

CHRISTENSEN, B. T. Organic matter in soil – structure, function and turnover. DIAS Report n°. 30. **Plant production**, Tjele. p. 95, 2000.

COLEMAN, K. & JEKINSON, D. C. Roth C-26.3 – a model for turnover of carbon in soil. In: D. S. POWLSON, P. SMITH & J. U. SMITH (ed.). **Evaluation of soil organic matter models.** Springer-verlag, Berlin Heidelberg, p. 237-246, 1996.

COLLINS, H. P.; PAUL, E. A.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E. T. Characterization of soil organic carbon relative to its stability and turnover. In: **Soil organic matter in temperate**

**agroecosystems – Long-term experiments in North America.** Boca Raton, CRC Press. p. 51-72, 1997.

DALAL, R. C.; MAYER, R. J. Long-term trends in fertility of soils under continuous cultivation and cereal cropping in southern Queensland. II. Total organic carbon and its rate of loss from the soil profile. **Australian Journal of Soil Research**, v. 24, p. 281-292, 1986.

DE CESARE, F. GARZILLO, A. M. V.; BUONOCORE, V.; BADALUCCO, L. Use of sonification for measuring acid phosphatase activity in soil. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 32, p. 825-832, 2000.

DE SÁ, M. A. C.; DE LIMA, J. M.; LAGE, G. Procedimento-padrão para medida da potência liberada pelo aparelho de ultra-som. **Ciências Agrotécnicas**, v. 24, n. 1, p. 300-306, 2000.

DE SÁ, M. A. C.; DE LIMA, J. M.; Mello, C. R. Nível de energia ultra-sônica para estudo da estabilidade dos agregados de um Latossolo sob diferentes usos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 37, n. 11, p. 1649-1655, 2002.

DUXBURY, J. M.; SMITH, M. S.; DORAN, J. W. Soil organic matter as a source and a sink of plant nutrients. In: COLEMAN, D. C. **Dynamics of soil organic matter in the tropics.** Honolulu: University of Hawaii Press, p. 33-67, 1989.

EDWARDS, A. P., BREMNER, J. M. Dispersion of soil particles by sonic vibration. **Journal of soil Science**, v. 18, p. 47-63, 1967.

ELLIOT, E. T., CAMBARDELLA, C. A. Physical separation of soil organic matter. **Agriculture & Ecosystem Environment**, v. 34, p. 407-419, 1991.

EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação do Solo. **Manual de métodos de análise de solos.** Rio de Janeiro, 1979.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análises de solo.** Rio de Janeiro, 212 p., 1997.

FLAIG, W.; BEUTELSPACHER, H.; RIETZ, E. Chemical composition and physical properties of humic substances. **Soil Components**, v.1, p. 1-21, 1975.

FELLER, C.; BURTIN, G.; GERARD, B.; BALESANT, J. Utilisation des résines sodiques et des ultrasons dans le fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Intérêt et limites. **Science du Sol**, v. 29, p. 77-93, 1991.

FELLER, C.; BEARE, M. H. Physical control of soil organic matter dynamics in the tropics. **Geoderma**, v. 79, p. 69-116, 1997a.

FELLER, C. The concept of soil humus in the past three centuries. **Advances in GeoEcology**, v. 29, p. 15-46, 1997b.

FONSECA, O. O. M. da. **Caracterização e classificação de solos Latossólicos e Podzólicos desenvolvidos nos sedimentos do Terciário no litoral brasileiro.** 185p. Dissertação (Mestrado em Agronomia - Ciência do Solo) - Instituto de Agronomia. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 1986.

FREIXO, A. A. **Fracionamento físico e espectroscopia de infravermelho na caracterização da matéria orgânica de LATOSSOLOS sob diferentes sistemas de preparo e rotação de culturas.** 86p. Dissertação (Mestrado em Agronomia - Ciência do Solo) - Instituto de Agronomia. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2001.

FREIXO, A. A.; DE MACHADO, P. L. O. A.; SANTOS, H. P.; SILVA, C. A.; FADIGAS, F. S. Soil organic carbon and fractions of a Rhodic Ferrasol under the influence of tillage and crop rotation systems in southern Brazil. **Soil & Tillage Research**, v.64, p. 221-230, 2002.

FULLER, L. G.; GOH, T. G.; OSCARSON, D. W. Cultivation effects on dispersive clay of soil aggregates. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 75, n. 1, p. 101-107, 1992.

GAVINELLI, E., FELLER, C., LARRÉ-LARROUY, M. C. et al.. A routine method to study soil organic matter by particle-size fractionation: examples for tropical soils. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, v. 26, n. 11/12, p. 1749-1760, 1995.

GOLCHIN, A., OADES, J., SKJEMSTAD, J. O. CLARKE, P. Study of free and occluded particulate organic matter in soils by soil state <sup>13</sup>C CP/MAS NMR spectroscopy and scanning electron microscopy. **Australian Journal of Soil Research** 32: 285-309, 1994.

GOLCHIN, A.; BALDOCK, J. A.; OADES, J. M. A model linking organic matter decomposition, chemistry, and aggregate dynamics. In: LAL, R.; KIMBLE, J.M.; FOLLETT, R.F.; STEWART, B.A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle**. Boca raton: CRC Press, p. 245-266, 1997.

GREGORICH, E. G.; KACHANOSKI, R. G.; VORONEY, R. P. Ultrasonic dispersion of aggregates: distribution of organic matter in size fractions. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 68, n. 2, p. 395-403, 1988.

GREGORICH, E. G.; KACHANOSKI, R. G.; VORONEY, R. P. Carbon mineralization in soil size fractions after various amounts of aggregate disruption, **Journal of Soil Science**, v. 40, n. 3, p. 649-659, 1989.

GREGORICH, E. G.; ELLERT, B. H. Light fraction and macroorganic matter in mineral soils. In: Soil sampling and methods of analysis (ed. M.R. CARTER). p. 379-408. **Canadian society of soil Science**, Lewis Publication, Boca Raton, 1993.

GREGORICH, E.G., JANZEN, H.H. Storage of soil carbon in the light fraction and macroorganic matter. In: CARTER, M.R., STEWART, B.A. **Structure and organic matter storage in agricultural soils**. Boca Raton: CRC Lewis, p. 167-190, 1995.

GREGORICH, E.G., BEARE, M.; MCKIM, U.F.; SKJEMSTAD, J. Chemical and biological characteristics of physically uncomplexed organic matter. **Soil Science Society of America Journal**, v. 70, p. 975-985, 2006.

GRIFFITHS, E., BURNS, R.G. Interaction between phenolic substances and microbial polysaccharides in soil aggregation. **Plant and Soil**, v. 36, p. 599-612, 1983.

HINDS, A.A.; LOWE, L.E. The use of ultrasonic probe in soil dispersion and the bulk isolation of organo-mineral complexes. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 60, n.2, p. 389-392, 1980.

HOPKINS, D.W.; WHEATLEY, R.E.; ROBINSON, D. Stable isotope studies of nitrogen transformations in soil. In: GRIFFITHS, H. (ed.). **Stable isotopes and the integration of biological, ecological and geochemical processes**. Bios Scientific Publishers, Oxford, p. 75-88, 1998.

IPCC – Intergovernmental Panel on Climate change. **IPCC Guidelines for National greenhouse gas inventories**; reference manual. Sweden, 1997.

JEKINSON, D.S. & COLEMAN, K. Calculating the annual input of organic matter to soil from measurements of total carbon and radiocarbon. **European Journal of Soil Science**, v.45, p. 167-174, 1994.

JONG, A.F.M. de; MOOK, W.G. Medium-term atmospheric  $^{14}\text{C}$  variations. **Radiocarbon**, v.22, p. 267-272, 1980.

JONHSTON, A. E. The Rothamsted classical experiments. In: LEIGH, R.A.; JONHSTON, A.E. (eds.). **Long-term experiments in agricultural and ecological science**. Oxon: CAB International, p. 9-37, 1994.

KOENIGS, F.F.R. Comments on the paper by P.F. North (1976). **Journal of Soil Science**, v. 29, n. 1, p. 117-124, 1978.

KONONOVA, M. M. **Soil organic matter**. Pergamon Press, Oxford. England, 1961.

KONONOVA, M. M. **Matéria orgânica del suelo: su naturaleza, propiedades y métodos de investigacion**. Barcelona: Oikos-Tau, 365 p.,1982.

KONONOVA, M. M. Current problems in the study of organic matter accumulation in soils under anaerobiosis. **Soil Science**, v. 137, p. 419-427, 1984.

LAL, R.; KIMBLE, J.; STEWART, B.A. **Global climate change and tropical ecosystems**. Boca Raton: CRC Press (Advances in Soil Science), 2000.

MAGID, J.; GORISEN, A.; GILLER, K. In search of the elusive “active” fraction of soil organic matter: three size-density fractionation methods for tracing the fate of homogeneously  $^{14}\text{C}$ -labelled plant materials. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 28, p. 89-99, 1996.

MAGID, J., CADISH, G., GILLER, K. Short and medium term plant litter decomposition in a tropical Ultisol elucidated by physical fractionation in a dual  $^{13}\text{C}$  and  $^{14}\text{C}$  isotope study. **Soil Biology and Biochemistry**, 34: 1273-1281, 2002.

MELLO, F. F. C.; CERRI, C. E. P.; BERNOUX, M.; VOLKOFF, B.; CERRI, C. C. Potencial of soil carbon sequestration for the Brazilian Atlantic Region. In: LAL, R.; CERRI, C.; BERNOUX, M.; ETCHEVERS, J.; CERRI, E. (Ed.). **Carbon sequestration in soils of Latin America**. New York: Haworth, 2006. p. 349-368, 2006.

MOEN, D. E. & RICHARDSON, J. L. Ultrasonic dispersion of soil aggregates stabilized by polyvinyl alcohol and T403-Glyoxal: Polymers. **SSSAJ**, v. 48, n. 3, p. 628-633, 1984.

MOLINA, J. A. E.; CHENG, H. H.; NICOLARDOT, B.; CHAUSSOD, R.; HOUOT, S. Biologically active soil organics: a case of double identity. In: J. DORAN; D. C. COLEMAN; D.F. BEZDICEK & B. A. STEWART (ed.). **Defining soil quality for a sustainable environment**. SSSA Special Publication Number 35 SSSA/ASA, Madison, p. 169-177, 1994.  
MULYAR, I. A.; MINKIN, M. B. Use of ultrasound in the analysis of water extracts from soils. **Eurasian Soil Science**, v. 24, n.8, p. 119-124, 1992.

NEILL, M.; MELILLO, J. M.; STEUDLER, P. A.; CERRI, C.; MORAES, F. L.; PICCOLO, F. C.; BRITO, M. Soil carbon and nitrogen stocks following forest clearing for pasture in the southwestern Brazilian Amazon. **Ecological Applications**, Washington, v. 7, p. 1216-1225, 1997.

NIEMEYER, J., CHEN, J., BOLLAG, Y. M. Characterization of humic acids, composts, and peat by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. **SSSAJ**, Madison, 56:135-140, 1992.

NORTH, P. F. Towards an absolute measurements of soil structural stability using ultrasonics. **Journal of Soil Science**, v. 27, n. 4, p.451-459, 1976.

OADES, J. M. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. **Plant and Soil**, v. 76, p. 319-337, 1984.

OADES, J. M. An introduction to soil organic matter in mineral soils. In: DIXON, J. B. & WEED, S. B. (eds.) Minerals in soil environments. SSSA Book Series, N° 1. Madison, **Soil Science Society of America**. p.89-159, 1989.

OADES, J. M. & WATERS, A. G. Aggregate hierarchy in soils. **Australian Journal of Soil Research**, v. 29, p. 815-828, 1991.

OADES, J. M. The role of biology in the formation, stabilization and aggregation of soil structure. **Geoderma**, v.56, p. 377-400, 1993.

OLSSON, I.U., 1980. <sup>14</sup>C in extractives from wood. **Radiocarbon**, v.22, p. 515-524.

PARFITT, R. L.; THENG, J. S.; WHITTON, J. S.; SHEPHERD, T. G. Effects of clay minerals and land use on organic matter pools. **Geoderma**, v. 75, p. 1-12, 1997.

PAUL E. A.; FOLLETT, R. F.; LEAVITT, S. W.; HALVORSON, A. D.; PETERSON, G. A.; LYON, D. Radiocarbon dating for determination of soil organic matter pool sizes and dynamics. **Soil Science Society of America Journal**, v. 61, p. 1058-1067, 1997.

PEREIRA, J. M. **Avaliação de pastagens de braquiária humidícola (Rendle) Schweickt, em monocultura ou consorciado com legumes e submetidas a diferentes taxas de lotação, na região sul da Bahia**. Viçosa, UFV, 232 p. Tese de Doutorado, 1991.

PINHEIRO, E. F. M. **Frações Orgânicas e Agregação em Latossolo em Função de Sistemas de Preparo do Solo de Oleráceas em Paty do Alferes, RJ**. Dissertação (Mestrado) 80p., Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2002.

POIRER, N., SOHI, S., GAUNT, J., MAHIEU, N., RANDALL, E., POWLSON, D., EVERSLED, R. The chemical composition of measurable soil organic matter pools. **Organic Geochemistry**, 2005.

PRESTON, C. M.; NEWMAN, R. H.; ROTHER, P. Using  $^{13}\text{C}$  CPMAS NMR to soil organic matter analysis: history and prospects. **Soil Science**, v.161, p. 144-166, 1994.

RAINE, S. R. & SO, B. An energy based parameter for the assessment of aggregate bond energy. **Journal of Soil Science**, v. 44, n. 2, p. 249-259, 1993.

RAINE, S. R. & SO, B. Ultrasonic dispersion of soil in water. The effect of suspension properties on energy dissipation and soil dispersion. **Journal of Soil Science**, v. 32, n. 6, p. 1157-1174, 1994.

RESENDE, A. S. **Efeito da queima e das aplicações de nitrogênio e vinhaça após 16 anos de cultivo de cana-de-açúcar**. 2005. 80 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Departamento de Solos, Seropédica, RJ.

RICHTER, D. D.; MARKEWITZ, D.; TRUMBORE, S. E.; WELLS, C. G. Rapid accumulation and turnover of soil carbon in a re-establishing forest. **Nature**, v. 400, p. 56-58, 1975.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P.; VELTHORST, E. J. Disruption of soil aggregate by different amounts of ultrasonic energy in SOM fractionation of a clay Latosol: carbon, nitrogen and  $^{13}\text{C}$  distribution in particle size fractions. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v.51, p. 445-454, 2000.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P.; VELTHORST, E. J.; VASCONCELLOS, C. A. Soil organic matter dynamics in density and particle size fractions as revealed by the  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  isotopic ratio in a Cerrado's Oxisol. **Geoderma**, Amsterdam, v.104, p. 185-202, 2001.

ROSCOE, R. **Soil organic matter dynamics in a Cerrado Oxisol**. Tese (Doutorado) – Wageningen University, Wageningen. 156 p., 2002a.

ROSCOE, R. & MACHADO, P. L. O. A. **Fracionamento físico do solo em estudos da material orgânica**. Publicações Embrapa Solos e Embrapa Agropecuária Oeste, 2002b.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P. Effect of tillage and no-tillage on soil organic matter dynamics in density fractions of a cerrado Oxisol. **Soil & Tillage Research**, v. 70, p. 107-109, 2003.

SALY, R. Use of ultrasonic vibration for dispersing soil samples. **Sovietic Soil Science**, v. 11, p. 1547-1559, 1967.

SCHMIDT, M.; RUMPEL, C.; KNABNER, K. Particle size fractionation of soil containing coal and combusted particles. **European Journal of Soil Science**, v.50, p. 515-522, 1999.

SCHNITZER, M.; SHEARER, D. A.; WRIGHT, J. R. A study in the infrared of high-molecular weight organic matter extracted by various reagents from a Podzolic B horizon. **Soil Science**, v. 87, p. 252-257, 1959.



SCHNITZER, M.; KHAN, S. U. **Humic substances in the environment**. Marcel Dekker, New York p. 2-3, 1972.

SCHNITZER, M. Soil organic matter – the next 75 years. **Soil Science**, v.151, p. 41-58, 1991.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. Rio de Janeiro: LTC., 460p., 1994.

SISTI, C. P. J.; SANTOS, H. P.; KOHHANN, R.; ALVES, B. J. R.; URQUIAGA, S.; BODDEY, R.M. Change in carbon and nitrogen stocks in soil under 13 years of conventional or zero tillage in southern Brazil. **Soil & Tillage Research**, v. 76, p. 39-58, 2004.

SIX, J.; ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K.; DORAN, J. W. Aggregation and soil organic matter accumulation in cultivated and native grassland soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 62, p. 1367-1377, 1998.

SIX, J.; SCHULTZ, P. A.; JASTROW, J. D.; MERCKX, R. Recycling of sodium poltungstate used in soil organic matter studies. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 31, p. 1193-1196, 1999.

SIX, J., ELLIOTT, E. T. PAUSTIAN, K. Soil macroaggregate turnover and microaggregate formation: a mechanism for C sequestration under no-tillage agriculture. **Soil Biology & Biochemistry**, v. 32, p. 2099-2103, 2000.

SKJEMSTAD, J.O. Estimation of charcoal in soil. *Comm. Soil Science Society of America Journal*, New York, 66: 2283-2298, 1986.

SKJEMSTAD, J.; DALAL, R.C. Spectroscopic and chemical differences in organic matter of two Vertissols subjected to long periods of cultivation. **Australian Journal of Soil Research**, v.25, p. 323-335, 1990.

SKJEMSTAD, J.O. et al. Turnover of SOM under pasture determined by <sup>13</sup>C natural abundance. **Australian Journal of Soil Research**. 28:267-276, 1994.

SKJEMSTAD, J.; CLARKE, P. TAYLOR, J.A.; OADES, J.M.; MCCLURE, S.G. The chemistry and nature of protected carbon in soil. **Australian Journal of Soil Research**, v. 36, p. 251-271, 1996.

SKJEMSTAD, J.; CLARKE, P.; TAYLOR, J.A.; OADES, J.M.; MCCLURE, S.G. The chemistry and nature of protected carbon in soils. **Australian Journal of Soil Research**, v.34, p. 251-271, 1998.

SMITH, J. L.; MYUNG, M. H. Rapid procedures for preparing soil KCl extracts for <sup>15</sup>N analysis. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, Boca Raton, v. 21, p. 2173-2180, 1990.

SMITH, J.U.; BRADBURY, N.; ADDISCOTT, T.M. Sundial: a PC-based system for simulating nitrogen dynamics in arable lands. **Agronomy Journal**, v. 88, p. 38-43, 1996.

SOHI, S.; MAHIEU, N.; GAUNT, J.  $^{13}\text{C}$  NMR to verify modelable soil organic matter fractions defined by physical location. In: **World Congress of Soil Science**, 16, 1998, Montpellier. Anais....Montpellier, 1998. 1 CD-ROOM.

SOHI, S. **Dynamic modellig of soil organic matter using physically defined fractions**. PhD Thesis University of London. London, 2001.

SOLLINS, P.; SPYCHER, G.; GLASSMAN, C.A. Net nitrogen mineralization from light and heavy fraction Forest soil organic matter. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 16, p. 31-38, 1984.

SPOSITO, G. **The chemistry of soils**. New York, Oxford University Press, 1989. 277p.  
SPYCHER, G.; SOLLINS, P.; ROSE, S. Carbon and nitrogen in the light fraction of a Forest soil: vertical distribution and seasonal patterns. **Soil Science Society of América Journal**, v. 51, p. 1390-1393, 1983.

STEVENSON, F.J. Gross chemical fractionation of organic matter. p. 1409-1421. In: **Methods of Soil Analysis, Part 2**, C.A. Black (ed-in-chief). Agronomy series nº. 9. **Am. Soc. Agronomy**, Inc., Madison, WI, 1965.

STEVENSON, F.J.& ELLIOTT, E.T. Methodologies for assessing the quantity and quality of organic matter. In: COLEMAN, D.C., OADES, J.M. UEHARA, G. **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. NifTAL Project University of Hawaii, p. 173-199, 1989.

STEVENSON, F.J. **Humus chemistry: Genesis, composition, reactions**. John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, 1982.

STEVENSON, F.J. **Humus chemistry: Genesis, composition, reactions**. 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, 1994.

STUIVER, M.; BRAZIUNAS, T.F. Tree cellulose  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  ratios and climate change. **Nature**, v. 328, p. 58-60, 1987.

TAN, K.H. **Principles of Soil Chemistry**. Marcel Dekker, Inc. New York, NY, 1982.

TAN, K.H.; LOBARTINI, J.C.; HIMMELSBACH, D.S.; ASMUSSEN, L.E. Composition of humic acids extracted under air and nitrogen atmosphere. **Comm. Soil Sci. Plant Anal.** 22: 861-877, 1991.

THENG, B.K.G.; et al. Clay-humic interactions and soil aggregate stability. In: COLEMAN, D.C.; OADES, J.M.; UEHARA, G. (eds.), **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. Honolulu, University of Hawaii, NifTAL Project, p.5-32, 1987.

THENG, B.K.G.; et al. Clay-humic interactions and soil aggregate stability. In: COLEMAN, D.C.; OADES, J.M.; UEHARA, G. (eds.), **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. Honolulu, University of Hawaii, NifTAL Project, p.5-32, 1989.

TIESSSEN, H. & STEWART, J.W.B. Particle-size fractions and their use in studies of soil organic matter. II. Cultivation effects on organic matter composition in size fractions. **Soil Science Society of America Journal**, v. 47, p. 509-514, 1983.

TIESSEN, H.; & STEWART, J. Light and electron microscopy of stained microaggregates: the role of organic matter and microbes in soil aggregation. **Biogeochemistry**, v.5, p. 312-322, 1988.

TRUMBORE, S.E.; DAVIDSON, E.A.; CAMARGO, P.B. NEPSTAD, D.; MARTINELLI, L.A. Belowground cycling of carbon in forest and pastures of Eastern Amazonia. **Glob. Biogeochem. Cycle**, v. 9, p. 515-528, 1995.

TURCHENEK, L.W.; & OADES, J.M. Fractionation of organo-mineral complexes by sedimentation and density techniques. **Geoderma**, v.21, p. 311-343, 1978.

TUCKEY, J.W. Bias and confidence in not-quite large samples (Abst.). **Annals of mathematical Statistics**, v.29, p. 614, 1958.

URQUIAGA, S.; BODDEY, R. M.; OLIVEIRA, O. C. de; LIMA, E.; GUIMARÃES, D. H. V. **A importância de não queimar a palha na cultura de cana-de-açúcar**. Seropédica: EMBRAPA-CNPBS. 12 p. (EMBRAPA-CNPBS. Comunicado Técnico, 5), 1991.

VAUGHAN, D. & ORD, B.G. Soil organic matter: a perspective on its nature, extraction, turnover and role in soil fertility. In: Martinus, E. A. & Junk, R., eds. **Soil Organic Matter and Biological Activity**. Boston, v.16, p.34, 1985.

VELDKAMP, E. Organic carbon turnover in three tropical soils under pasture after deforestation. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 58, p. 175-180, 1994.

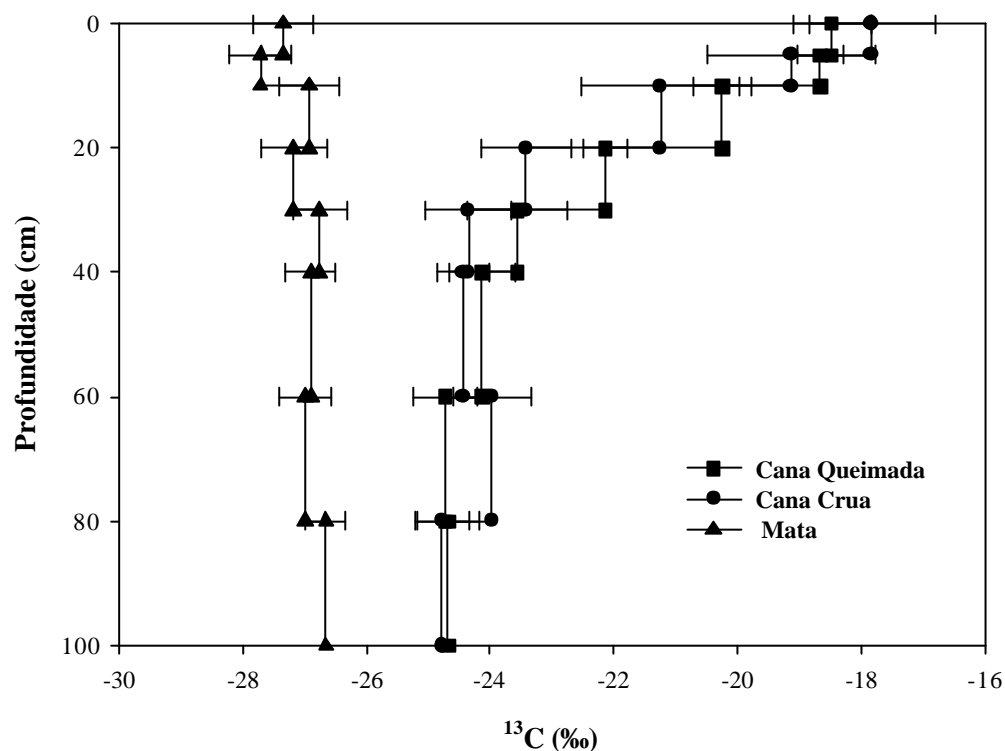
WATSON, J.R. Ultrasonic vibration as a method of soil dispersion. **Soil Fertility**, v. 34, p. 127-134, 1971.

WHITE, J. L.; ROTH, C.B. Infrared spectrometry. In: Klute, A. (Ed.) **Methods of soil analysis**, 2ed. Madison: ASA: SSSAJ, 1986, 1:291-330.

YODER, R.E. A direct method of aggregate analysis of soils and a study of the physical nature of erosion losses. **J. Am. Soc. Agron**, v. 28, p. 337-351, 1968.

## 7. ANEXO

### CAPÍTULO 1.



**Figura 1.** Composição isotópica de  $^{13}\text{C}$  no solo sob cobertura de cana-de-açúcar em Linhares, ES. (barras de erros indicam o erro padrão da média, de 5 repetições).

**Tabela 1.** Teores de nitrogênio ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	CV (%)
0-5	1,26 a	0,71 b	10
5-10	0,76 a	0,63 b	9
10-20	0,63 a	0,57 a	6
20-30	0,65 a	0,64 a	16
30-40	0,60 a	0,64 a	13
40-60	0,54 a	0,53 a	10
60-80	0,46 a	0,34 a	23
80-100	0,41 a	0,32 a	33

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 2.** Teores de carbono ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	CV (%)
0-5	14,4 a	9,24 b	13
5-10	9,70 a	8,80 a	14
10-20	7,80 a	7,56 a	16
20-30	10,18 a	7,66 a	33
30-40	7,24 a	9,08 a	30
40-60	7,34 a	6,56 a	20
60-80	7,12 a	5,88 a	30
80-100	5,32 a	4,86 a	40

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 3.** Relação C:N sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	CV (%)
0-5	12 a	13 a	21
5-10	12 a	13 a	9
10-20	12 a	13 a	16
20-30	12 a	14 a	22
30-40	12 a	14 a	30
40-60	13 a	14 a	20
60-80	12 a	15 a	26
80-100	12 a	14 a	20

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 4.** Correlação de Pearson entre o carbono (C) e o nitrogênio (N) e entre estes e a profundidade.

Variáveis	Observações	Correlação	Significância
C X N	120	.8707	.0001
C X PROF	120	-.6590	.0001
N X PROF	120	-.7287	.0001

**Tabela 5.** Estoques de C no solo sob o sistema de colheita cana crua e cana queimada.

Camada (cm)	CC	CQ	CV(%)
0-10	14,8 a	10,9 b	7
0-40	49,6 a	43,5 a	14
0-100	113,8 a	100,8 a	17

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 6.**  $d^{13}C$  sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	Mata	CV (%)
0-5	-17,83 b	-18,47 b	-27,35 a	7
5-10	-18,66 b	-19,12 b	-27,71 a	9
10-20	-21,24 b	-20,24 b	-26,92 a	8
20-30	-23,42 b	-22,14 b	-27,18 a	5
30-40	-24,35 ab	-23,55 b	-26,76 a	6
40-60	-24,44 b	-24,13 b	-26,90 a	3
60-80	-23,97 b	-24,72 ab	-26,99 a	5
80-100	-24,77 ab	-24,68 b	-26,65 a	4

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste de Tuckey ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 7.** Estoque de carbono de origem  $C_3$  (mata) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	CV (%)
0-5	0,84*	0,62	16
5-10	0,67	0,56	13
10-20	0,77	0,65	21
20-30	1,23	0,79	26
30-40	0,94	1,10*	40
40-60	0,95*	0,82	25
60-80	0,87	0,78	27
80-100	0,72	0,67	44

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 8.** Estoque de carbono de origem  $C_4$  (cana-de-açúcar) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	CV (%)
0-5	1,12*	0,70	17
5-10	0,87*	0,83	12
10-20	0,50	0,56	19
20-30	0,44*	0,40	21
30-40	0,19	0,32	37
40-60	0,20	0,20	26
60-80	0,24	0,16	32
80-100	0,09	0,09	43

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste F ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

**Tabela 9.** Coeficiente de variação (CV, %) das frações ácido fúlvico (AF), ácido

húmico (AH) e humina (H) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada (CQ).

	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ	CC	CQ
	0-5		5-10		10-20		20-30		30-40	
<b>AH</b>	38		18		28		34		18	
<b>AF</b>	38		17		25		52		28	
<b>H</b>	30		21		13		18		29	

**Tabela 10.** Densidade do solo ( $\text{g cm}^{-3}$ ) sob os sistemas de colheita cana crua (CC) e cana queimada, em Linhares (ES).

Profundidade (cm)	CC	CQ	Mata	CV (%)
0-5	1,36 a	1,40 a	1,30 a	9
5-10	1,58 a	1,58 a	1,39 b	4
10-20	1,61 a	1,62 a	1,39 b	5
20-30	1,62 a	1,57 a	1,38 b	3
30-40	1,56 a	1,59 a	1,34 b	5
40-60	1,55 a	1,56 a	1,42 b	4
60-80	1,56 a	1,58 a	1,44 b	3
80-100	1,52 a	1,57 a	1,44 b	7

\* Médias seguidas de letras distintas são diferentes pelo teste de Tuckey ( $P < 0,05$ ). CV- coeficiente de variação.

## CAPÍTULO 2

### Análise estatística – Tabela da análise da variância da regressão.

#### 1) Fração leve livre no solo sob cobertura de braquiária (0-5 cm)

##### VARIÁVEL ANALISADA: <sup>13</sup>C

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	25.925233	12.962617	11.145	0.0037
erro 1	9	10.467600	1.163067		
ANO	1	75.118817	75.118817	22.223	0.0011
DENS*ANO	2	19.434133	9.717067	2.875	0.1083
erro 2	9	30.421550	3.380172		
Total corrigido	23	161.367333			
CV 1 (%) =	-5.80				
CV 2 (%) =	-9.89				
Média geral:	-18.5866667	Número de observações:	24		

##### VARIÁVEL ANALISADA: C

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	280.590573	140.295287	29.582	0.0001
erro 1	9	42.682986	4.742554		
ANO	1	165.512032	165.512032	36.398	0.0002
DENS*ANO	2	44.511958	22.255979	4.894	0.0364
erro 2	9	40.925210	4.547246		
Total corrigido	23	574.222759			
CV 1 (%) =	16.48				
CV 2 (%) =	16.13				
Média geral:	13.2163370	Número de observações:	24		

##### Variável analisada: Massa da FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000515	0.000258	21.84	0.0004
erro 1	9	0.000106	0.000012		
ANO	1	0.000319	0.000319	12.220	0.0068
DENS*A	2	7.133871983E-0007	3.56693599E	0.014	0.9864
erro 2	9	0.000235	0.000026		
Total corrigido	23	0.001176			
CV 1 (%) =	21.19				
CV 2 (%) =	31.51				
Média geral:	0.0162071	Número de observações:	24		



## 2) Fração leve livre no solo sob cobertura de braquiária (5-10 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	13.642525	6.821262	3.605	0.0708
erro 1	9	17.031325	1.892369		
ANO	1	5.645400	5.645400	1.307	0.2824
DENS*ANO	2	5.135725	2.567862	0.594	0.5721
erro 2	9	38.874675	4.319408		
Total corrigido	23	80.329650			
CV 1 (%) =	-6.66				
CV 2 (%) =	-10.07				
Média geral:	-20.6475000	Número de observações:	24		

### Variável analisada: carbono

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	440.557362	220.278681	6.562	0.0175
erro 1	9	302.131342	33.570149		
ANO	1	3.893224	3.893224	0.191	0.6721
DENS*ANO	2	217.124283	108.562141	5.337	0.0296
erro 2	9	183.061523	20.340169		
Total corrigido	23	1146.767734			
CV 1 (%) =	40.64				
CV 2 (%) =	31.63				
Média geral:	14.2572665	Número de observações:	24		

### Variável analisada: massa da FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000430	0.000215	18.951	0.0006
erro 1	9	0.000102	0.000011		
ANO	1	0.000016	0.000016	0.557	0.4744
DENS*ANO	2	0.000039	0.000019	0.670	0.5356
erro 2	9	0.000261	0.000029		
Total corrigido	23	0.000849			
CV 1 (%) =	24.09				
CV 2 (%) =	38.53				
Média geral:	0.0139842	Número de observações:	24		

### 3) Fração leve livre no solo sob cobertura de capim elefante (0-5 cm)

#### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	42.993075	21.496538	10.518	0.0044
erro 1	9	18.393638	2.043738		
ANO	1	32.877004	32.877004	6.390	0.0324
DENS*ANO	2	0.811258	0.405629	0.079	0.9248
erro 2	9	46.306287	5.145143		
Total corrigido	23	141.381263			
CV 1 (%) =		-7.96			
CV 2 (%) =		-12.63			
Média geral:		-17.9587500	Número de observações:		24

#### Variável analisada: carbono na FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	275.021561	137.510781	22.562	0.0003
erro 1	9	54.852387	6.094710		
ANO	1	34.158185	34.158185	4.108	0.0733
DENS*ANO	2	11.409757	5.704878	0.686	0.5280
erro 2	9	74.827193	8.314133		
Total corrigido	23	450.269083			
CV 1 (%) =		18.93			
CV 2 (%) =		22.11			
Média geral:		13.0407724	Número de observações:		24

#### Variável analisada: massa da FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.003362	0.001681	11.126	0.0037
erro 1	9	0.001360	0.000151		
ANO	1	0.000323	0.000323	5.182	0.0488
DENS*ANO	2	0.000067	0.000033	0.535	0.6032
erro 2	9	0.000562	0.000062		
Total corrigido	23	0.005673			
CV 1 (%) =		33.82			
CV 2 (%) =		21.73			
Média geral:		0.0363458	Número de observações:		24

#### 4) Fração leve livre no solo sob cobertura de capim elefante (5-10 cm)

##### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	5.606858	2.803429	1.054	0.3879
erro 1	9	23.935525	2.659503		
ANO	1	1.717350	1.717350	0.413	0.5366
DENS*ANO	2	3.219775	1.609887	0.387	0.6899
erro 2	9	37.444475	4.160497		
Total corrigido	23	71.923983			
CV 1 (%) =	-8.28				
CV 2 (%) =	-10.36				
Média geral:	-19.6941667	Número de observações:	24		

##### Variável analisada: carbono na FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	172.657027	86.328514	3.800	0.0636
erro 1	9	204.481854	22.720206		
ANO	1	0.061524	0.061524	0.010	0.9232
DENS*ANO	2	0.239206	0.119603	0.019	0.9811
erro 2	9	56.271135	6.252348		
Total corrigido	23	433.710747			
CV 1 (%) =	28.80				
CV 2 (%) =	15.11				
Média geral:	16.5505905	Número de observações:	24		

##### Variável analisada: massa da FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000799	0.000400	4.908	0.0362
erro 1	9	0.000733	0.000081		
ANO	1	0.000004	0.000004	0.126	0.7307
DENS*ANO	2	0.000012	0.000006	0.202	0.8209
erro 2	9	0.000263	0.000029		
Total corrigido	23	0.001811			
CV 1 (%) =	40.26				
CV 2 (%) =	24.10				
Média geral:	0.0224167	Número de observações:	24		

## 5) Fração leve livre no solo sob cobertura de mata (0-10 cm)

### VARIÁVEL ANALISADA: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.640267	0.320133	1.842	0.2136
erro	9	1.564425	0.173825		
Total corrigido	11	2.204692			
CV (%) =	-1.56				
Média geral:	-26.7541667	Número de observações:			12

### Variável analisada: carbono na FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.123729	0.061865	5.006	0.0345
erro	9	0.111218	0.012358		
Total corrigido	11	0.234947			
CV (%) =	8.39				
Média geral:	1.3254204	Número de observações:			12

### Variável analisada: massa da FLL

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000412	0.000206	7.767	0.0110
erro	9	0.000239	0.000027		
Total corrigido	11	0.000651			
CV (%) =	35.61				
Média geral:	0.0144684	Número de observações:			12

## 6) Fração leve intra-agregado no solo sob cobertura de braquiária (0-5 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	4.900908	2.450454	3.132	0.0928
erro 1	9	7.040538	0.782282		
ANO	1	20.368837	20.368837	32.855	0.0003
DENS*ANO	2	7.570975	3.785488	6.106	0.0211
erro 2	9	5.579637	0.619960		
-----					
Total corrigido	23	45.460896			
-----					
CV 1 (%) =		-4.14			
CV 2 (%) =		-3.68			
Média geral:		-21.3829167	Número de observações:	24	

### Variável analisada: carbono na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.405946	0.202973	18.375	0.0007
erro 1	9	0.099416	0.011046		
ANO	1	0.119909	0.119909	3.254	0.1048
DENS*ANO	2	0.256399	0.128200	3.479	0.0760
erro 2	9	0.331662	0.036851		
-----					
Total corrigido	23	1.213332			
-----					
CV 1 (%) =		7.81			
CV 2 (%) =		14.27			
Média geral:		1.3451756	Número de observações:	24	

### Variável analisada: massa da FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000750	0.000375	22.022	0.0003
erro 1	9	0.000153	0.000017		
ANO	1	0.000109	0.000109	5.767	0.0398
DENS*ANO	2	0.000158	0.000079	4.180	0.0520
erro 2	9	0.000170	0.000019		
-----					
Total corrigido	23	0.001341			
-----					
CV 1 (%) =		37.79			
CV 2 (%) =		39.87			
Média geral:		0.0109167	Número de observações:	24	

## 7) Fração leve intra-agregado no solo sob cobertura de braquiária (5-10 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	1.033733	0.516867	0.466	0.6419
erro 1	9	9.984513	1.109390		
ANO	1	2.947004	2.947004	1.389	0.2688
DENS*ANO	2	1.560433	0.780217	0.368	0.7022
erro 2	9	19.094712	2.121635		
Total corrigido	23	34.620396			
CV 1 (%) =	-4.70				
CV 2 (%) =	-6.50				
Média geral:	-22.4045833	Número de observações:	24		

### Variável analisada: Carbono na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	1659.858015	829.929007	81.718	0.0000
erro 1	9	91.403660	10.155962		
ANO	1	9.436765	9.436765	0.266	0.6182
DENS*ANO	2	8.123787	4.061893	0.115	0.8929
erro 2	9	318.812265	35.423585		
Total corrigido	23	2087.634491			
CV 1 (%) =	13.76				
CV 2 (%) =	25.70				
Média geral:	23.1629396	Número de observações:	24		

### Variável analisada: massa na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000387	0.000193	21.190	0.0004
erro 1	9	0.000082	0.000009		
ANO	1	0.000081	0.000081	19.512	0.0017
DENS*A	2	0.000064	0.000032	7.792	0.0109
erro 2	9	0.000037	0.000004		
Total corrigido	23	0.000651			
CV 1 (%) =	27.73				
CV 2 (%) =	18.67				
Média geral:	0.0108917	Número de observações:	24		

## 8) Fração leve intra-agregado no solo sob cobertura de capim elefante (0-5 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	1.755658	0.877829	0.722	0.5121
erro 1	9	10.949187	1.216576		
ANO	1	6.987604	6.987604	3.688	0.0870
DENS*ANO	2	12.385858	6.192929	3.269	0.0857
erro 2	9	17.050588	1.894510		
Total corrigido		23	49.128896		
CV 1 (%) =		-5.10			
CV 2 (%) =		-6.36			
Média geral:	-21.6370833		Número de observações:	24	

### Variável analisada: Carbono na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	846.592389	423.296194	22.357	0.0003
erro 1	9	170.398720	18.933191		
ANO	1	272.077438	272.077438	7.409	0.0235
DENS*	2	213.118359	106.559180	2.902	0.1065
erro 2	9	330.509418	36.723269		
Total corrigido		23	1832.696324		
CV 1 (%) =		22.19			
CV 2 (%) =		30.90			
Média geral:	19.6118627		Número de observações:	24	

### Variável analisada: massa da FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000865	0.000432	38.036	0.0000
erro 1	9	0.000102	0.000011		
ANO	1	1.500000000E-0008	1.500000000E-0008	0.002	0.9694
DENS*	2	0.000137	0.000068	7.074	0.0142
erro 2	9	0.000087	0.000010		
Total corrigido		23	0.001191		
CV 1 (%) =		25.89			
CV 2 (%) =		23.88			
Média geral:	0.0130250		Número de observações:	24	

## 9) Fração leve intra-agregado no solo sob cobertura de capim elefante (5-10 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.525833	0.262917	0.168	0.8476
erro 1	9	14.049150	1.561017		
ANO	1	2.760817	2.760817	1.978	0.1932
DENS*ANO	2	3.244033	1.622017	1.162	0.3556
erro 2	9	12.560550	1.395617		
Total corrigido	23	33.140383			
CV 1 (%) =	-5.59				
CV 2 (%) =	-5.29				
Média geral:	-22.3341667	Número de observações:	24		

### Variável analisada: carbono na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	1894.878532	947.439266	61.398	0.0000
erro 1	9	138.879569	15.431063		
ANO	1	566.370762	566.370762	28.390	0.0005
DENS*ANO	2	13.209169	6.604584	0.331	0.7265
erro 2	9	179.544960	19.949440		
Total corrigido	23	2792.882992			
CV 1 (%) =	15.47				
CV 2 (%) =	17.59				
Média geral:	25.3986377	Número de observações:	24		

### Variável analisada: massa da FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000206	0.000103	20.532	0.0004
erro 1	9	0.000045	0.000005		
ANO	1	0.000065	0.000065	31.837	0.0003
DENS*A	2	0.000012	0.000006	3.043	0.0979
erro 2	9	0.000018	0.000002		
Total corrigido	23	0.000346			
CV 1 (%) =	23.78				
CV 2 (%) =	15.14				
Média geral:	0.0094167	Número de observações:	24		



## 10) Fração leve intra-agregado no solo sob cobertura de mata (0-10 cm)

### Variável analisada: $^{13}\text{C}$

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	3.422600	1.711300	7.874	0.0105
erro	9	1.956000	0.217333		
Total corrigido	11	5.378600			
CV (%) =	-1.91				
Média geral:	-24.4100000	Número de observações:	12		

### Variável analisada: carbono na FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	105.566374	52.783187	13.274	0.0021
erro	9	35.789172	3.976575		
Total corrigido	11	141.355546			
CV (%) =	11.39				
Média geral:	17.5109478	Número de observações:	12		

### Variável analisada: massa da FLI

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
DENS	2	0.000038	0.000019	41.648	0.0000
erro	9	0.000004	4.57222222E-0007		
Total corrigido	11	0.000042			
CV (%) =	5.83				
Média geral:	0.0116000	Número de observações:	12		