

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE AGRONOMIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DO SOLO

**FRACIONAMENTO FÍSICO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO COM
DIFERENTES ENERGIAS DE SONICAÇÃO EM TRÊS LATOSSOLOS
BRASILEIROS SOB VEGETAÇÃO NATIVA**

**Maria Helena Brum Lunardi
(Dissertação)**

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE AGRONOMIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DO SOLO

**FRACIONAMENTO FÍSICO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO COM
DIFERENTES ENERGIAS DE SONICAÇÃO EM TRÊS LATOSSOLOS
BRASILEIROS SOB VEGETAÇÃO NATIVA**

MARIA HELENA BRUM LUNARDI
Engenheira Agrônoma (UFSM)

Dissertação apresentada como
um dos requisitos à obtenção do
Grau de Mestre em Ciência do Solo

Porto Alegre (RS), Brasil
Setembro de 2002

MARIA HELENA BRUM LUNARDI
Engenheira Agrônoma - UFSM

DISSERTAÇÃO

Submetida como parte dos requisitos
para a obtenção do Grau de

MESTRE EM CIÊNCIA DO SOLO

Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo
Faculdade de Agronomia
Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Porto Alegre (RS), Brasil

Aprovada em: 13.09.2002
Pela Banca Examinadora

Homologado em:
por

EGON JOSÉ MEURER
Professor Orientador
PPG-Ciência do Solo

CARLOS ALBERTO BISSANI
Coordenador do Programa de
Pós-Graduação em Ciência do Solo

ALBERTO VASCONCELLOS INDA JR.
UFRGS

CIMÉLIO BAYER
UFRGS

GILMAR MARODIN
Diretor da Faculdade de Agronomia

THOMÉ LOVATO
UFSM

DEDICATÓRIA

Pai,

Você foi a fonte amorosa que me introduziu no mistério da vida,

Você foi à presença onipotente que transformou meu olhar de criança,

Você foi o braço forte que me ergueu ensaiando o riso diante do medo,

Você foi o joelho seguro que me agigantou tornando o mundo pequeno,

Você foi o olhar sincero que me questionava com a pergunta verdadeira,

Você foi o ombro amigo que me estimulava a seguir em frente,

Você foi o coração malandro que afagava os meus erros e escrevia os meus sonhos,

Você foi o sorriso suave e demorado que me falava de paz adquirida,

Você foi à mão tremula e cálida que me encorajava a começar de novo,

Pai,

you é a lembrança querida que desperta em mim secretas e doces emoções,

you é e sempre será uma chama a iluminar o meu caminho até o último passo e me fazer adormecer como criança nos braços do nosso pai...

Pai, que saudades dos churrascos festivos nos domingos em nossa casa, da tua alegria com o Bruno e Luiza, dos nossos passeios pela chácara, de assistir ao teu lado os jogos do Grêmio nas quartas à noite, que saudades de tantas e tantas coisas meu pai...

Desculpe-me pai, pelos teus cabelos brancos, pelas tuas mãos e pés calejados, pelas madrugadas frias que passavas nas feiras ambulantes para nos sustentar e formar teus cinco filhos, o teu maior orgulho!

Pai, quando te perdi achei que não teria forças para seguir em frente, mas tenho a certeza que és tu que estas sempre ao meu lado, guiando os meus passos, me fazendo seguir em frente.

Pai, de ti guardo entre tantas e tantas coisas, a dedicação que tinhas a tua família, a tua coragem, integridade, amor...

Meu pai, tu és o orgulho da minha vida. Muito Obrigado por tudo. A ti meu amor eterno!

Tua filha, Maria Helena.

Essa dissertação é dedicada a meu amado pai Luiz, que perdi no dia 15 de outubro de 2001, também dedico a minha querida e amada tia Elizia, que perdi no dia 17 de julho de 2002.

Fôssemos infinitos,
tudo mudaria
como somos finitos
muito permanece...

Bertolt Brecht (Poemas - 1913-1956)

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida.

À Universidade Federal de Santa Maria, pelo ensino público e gratuito, que proporcionou a minha formação acadêmica, situada na minha querida cidade natal de Santa Maria-RS.

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul e a CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, pela oportunidade oferecida e viabilização deste curso.

Ao Professor Egon Meurer pela oportunidade de ter feito o curso de mestrado, aceitando-me como sua orientada, e pela sua orientação ao longo do curso.

À Professora Deborah P. Dick, pelo seu seguro acompanhamento, co-orientação ativa, dedicação, força e coragem, que foram estímulos constantes a seguir em frente essa caminhada.

Ao Cristiano, meu companheiro, pelos maravilhosos anos passados juntos, pelo nosso filho Bruno, por ter me estimulado a fazer o mestrado, pelas dificuldades financeiras que juntos fomos superando sempre com idéias novas, pelas constantes ajudas e correções do trabalho, meu muito obrigado, meu amor!

Ao meu filho Bruno, benção recebida por Deus, meu companheirinho de todas as horas, presença constante, meu estímulo a seguir em frente. A tua presença meu filho é a minha fortaleza. A ti meu amado filho, dedico também este trabalho.

À minha doce e amada mãe Cirlei, exemplo de dedicação, coragem, força. Que quando da nossa maior perda, mesmo na sua dor, foi mais forte do

que todos nós, nos estimulando a seguir em frente, nos mostrando que a vida ainda continuava. A ti minha mãe, meu muito obrigado, pelas noites não dormidas, cuidando do Bruno para podermos estudar. Os louros também são teus.

Aos meus queridos e amados irmãos, Suzana, Vera Lúcia, Luiz Antônio e Luiz Carlos, sogros Vani e Aloizio, cunhados Gervásio, Leonardo, Marcelo e Sabrina, concunhada Cristina, sobrinhos Luiza (morena) e Gustavo, Tias Maria, Rosa e Cleci e demais parentes que de uma forma ou outra estiveram sempre presentes apesar da distância, me mostrando que a nossa família ainda é o meu porto seguro, lugar para onde eu sempre posso ir para me recuperar e reabastecer minhas energias através de seus carinhos e apoio constantes.

Aos colegas de turma, Alaerto, Carla, Juliana, Leandro e Pedrinho, pela companhia, ajuda em muitas horas, pelos belos e construtivos momentos de estudo, discussão, descontração e convivência e a todos os demais colegas de curso que de uma forma ou outra também estiveram presente nesses dois anos de curso.

Aos Professores do curso, em especial ao Professor Nestor Kämpf, pelas maravilhosas aulas e viagens de estudo por algumas regiões do estado, ao Professor Jakes Marré, pelo exemplo de força de vontade e dedicação, pela oportunidade de convívio e pelos conhecimentos transmitidos.

Ao Professor Enilson, pelo empréstimo do aparelho de ultra-som.

Aos funcionários do Departamento de Solos, Adão pelas ajudas laboratoriais e conversas amistosas, Denise e Maria pelas ajudas nos momentos propícios, Luís e Dona Sueli, funcionários da portaria, pelos cumprimentos alegres e amistosos e pela preocupação com o Bruno e ao Jader, em especial, pelas ajudas constantes e estímulo nas horas mais difíceis.

A todas as pessoas que, de algum modo, contribuíram para que nosso objetivo fosse alcançado com êxito, o meu muito obrigado!

FRACIONAMENTO FÍSICO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO COM DIFERENTES ENERGIAS DE SONICAÇÃO EM TRÊS LATOSSOLOS BRASILEIROS SOB VEGETAÇÃO NATIVA ^{1/}

Autor: Maria Helena Brum Lunardi

Orientador: Prof. Egon J. Meurer

Co-orientadora: Prof^ª. Deborah Pinheiro Dick

RESUMO

O fracionamento físico é freqüentemente empregado, em estudos sobre a dinâmica da matéria orgânica do solo (MOS), sendo que não existe um consenso quanto à energia adequada para a dispersão máxima de um determinado tipo do solo. Os principais objetivos deste trabalho foram determinar a energia de sonicação para a dispersão máxima do solo no fracionamento físico da MOS; avaliar o efeito do aumento da energia de sonicação e da separação prévia da matéria orgânica leve livre (MOLL) na dispersão do solo; e investigar a distribuição e qualidade das substâncias húmicas (SH's) nas frações silte e argila obtidas na dispersão máxima do solo. O fracionamento físico em seis níveis de energia (200, 400, 800, 1200, 1600 e 2000 J mL⁻¹) foi realizado em amostras do horizonte A de três Latossolos brasileiros sob vegetação nativa: Latossolo Vermelho (LVdf), Latossolo Bruno (LBd) e Latossolo Amarelo (LAW). A não separação da MOLL com solução de NaI, previamente à aplicação de ultra-som, causou redistribuição de carbono nas frações silte e argila, mostrando ser este um procedimento importante no fracionamento da MOS. Em geral, o aumento da energia de sonicação provocou aumento do teor da fração argila, porém a redistribuição do carbono não foi observada. A energia de máxima dispersão foi de 800, 1200 e acima de 2000 J mL⁻¹, respectivamente para os solos LVdf, LAW e LBd, e este comportamento foi relacionado com as características de cada solo. A proporção de SH's em relação ao teor de carbono total da fração, nas frações argila e silte dos solos LVdf e LAW foi superior à verificada para o solo inteiro, enquanto que no solo LBd o comportamento foi inverso. A razão E₄/E₆ nos ácidos húmicos (AH) na fração argila dos solos LVdf e LBd foi inferior à dos ácidos fúlvicos (AF) correspondentes, indicando que os AH apresentam grau de condensação mais elevado do que AF. Os valores obtidos para a razão E₄/E₆ foram inferiores aos usualmente citados na literatura. Os resultados obtidos no fracionamento químico indicam que o fracionamento físico afetou a distribuição e qualidade das substâncias húmicas fracionadas quimicamente.

^{1/}

Dissertação de Mestrado em Ciência do Solo. Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. (49p.) setembro, 2002. Trabalho realizado com apoio financeiro da CAPES e CNPq.

**PHYSICAL FRACTIONATION OF SOIL ORGANIC MATTER AT DIFFERENT
LEVELS OF SONICATION ENERGY OF THREE BRAZILIAN
FERRALSOLS UNDER NATIVE VEGETATION ^{1/}**

Author: Maria Helena Brum Lunardi

Adviser: Prof. Egon J. Meurer

Co-adviser: Prof^a. Deborah Pinheiro Dick

ABSTRACT

The physical fractionation of soil organic matter (SOM) is usually employed in studies about its dynamics, but there is no consensus about the adequate energy for the maximum dispersion of a given soil. The main objectives of this work were to determine the sonication energy for the maximum soil dispersion in the SOM physical fractionation; to evaluate the effect of the increasing energy level and the previous removal of the light organic matter (LOM) on the soil dispersion; and to investigate the distribution and quality of humic substances (HS) in the silt and clay fractions obtained at the maximum dispersion. The physical fractionation at six sonication energy levels (200, 400, 800, 1200, 1600 e 2000 J mL⁻¹) was performed in samples of A horizons of three Brazilian Ferralsols under native vegetation: Red Ferralsols (LVdf), Brown Ferralsols (LBd) and Yellow Ferralsols (LAW). The non-removal of the LOM with NaI solution, previous to the sonication, caused redistribution of carbon in the silt and clay fractions, indicating that this procedure is essential in the SOM fractionation. In general, the increase of the sonication energy caused an increase in the clay fraction content, but no redistribution of carbon was observed. The energy for the maximum dispersion was 800, 1200 and above 2000 J mL⁻¹, respectively for the soils LVdf, LAW e LBd, and this behaviour was related to their characteristics. The proportion of HS in relation to the total carbon in the clay and silt fractions of the soils LVdf and LAW was larger than that of the whole soil, while for the LBd soil the inverse behaviour was observed. The ratio E₄/E₆ in the humic acids (HA) of the clay fraction of the soils LVdf and LBd was smaller than that of the fulvic acids (FA), indicating that HA showed a higher condensation degree. The obtained E₄/E₆ values were inferior to those cited in the literature. The results of the chemical fractionation indicate that the physical fractionation affected the distribution and quality of the humic substances.

^{1/} Master of Science. Dissertation in Soil Science. Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. (49 p.) September, 2002.

SUMÁRIO

	Página
1. INTRODUÇÃO	01
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	03
2.1 Latossolos.....	03
2.2 Matéria orgânica.....	05
2.3 Fracionamento físico.....	07
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	11
3.1 Descrição geral do estudo.....	11
3.2 Fracionamento físico da matéria orgânica.....	11
3.2.1 Separação da matéria orgânica leve livre (MOLL).....	12
3.2.2 Calibração do aparelho e determinação da energia de sonicação.....	13
3.2.3 Sonicação das amostras.....	15
3.2.4 Obtenção das frações	15
3.2.5 Ensaio da prévia separação da MOLL.....	16
3.3 Determinação do carbono orgânico total.....	16
3.4 Fracionamento químico da matéria orgânica do solo.....	16
3.4.1 Extração das substâncias húmicas solúveis (SH's).....	16
3.4.2 Quantificação das substâncias húmicas.....	17
3.4.3 Espectroscopia na região ultravioleta-visível (UV-Vis)	18

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	19
4.1 Efeito da separação da matéria orgânica leve livre previamente a sonicação.....	19
4.1.1 Características da matéria orgânica leve livre.....	25
4.2 Fracionamento físico da matéria orgânica do solo em diferentes níveis de energia de sonicação.....	25
4.3 Distribuição do carbono orgânico nas frações granulométricas separadas em diferentes níveis de energia de sonicação.....	34
4.3.1 Distribuição e razão E_4/E_6 das substâncias húmicas nas frações silte e argila obtidas na máxima dispersão.....	38
5. CONCLUSÕES	41
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	42

RELAÇÃO DE TABELAS

	Página
01. Classificação, local de coleta e descrição das amostras dos solos estudados.....	12
02. Composição elementar, teor no solo e porcentagem do carbono total recuperado na MOLL dos solos LVdf, LBd e LAw.....	21
03. Distribuição das frações granulométricas (g kg^{-1}) em função da energia de sonicação aplicada (J mL^{-1}) nos solos LVdf, LBd e LAw.....	27
04. Atributos químicos, mineralógicos e texturais dos solos estudados.....	31
05. Distribuição do teor de carbono orgânico (g kg^{-1}) nas frações granulométricas em função da energia de sonicação aplicada (J mL^{-1}) nos solos LVdf, LBd e LAw.....	35
06. Recuperação da massa inicial do solo (%) e da massa inicial do carbono orgânico (%), após o fracionamento físico dos solos.....	37

07. Distribuição do carbono e das substâncias húmicas solúveis (SH's) nas frações argila e silte e solo inteiro e proporção das SH's em relação ao carbono nos solos estudados e no solo inteiro.....	38
08. Razão E_4/E_6 obtida por UV-Visível no extrato de AH e AF nas frações argila e silte dos solos estudados.....	40

RELAÇÃO DE FIGURAS

	Página
01. Teor de argila (a) e silte (b) no solo LVdf, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.....	20
02. Teor de argila (a) e silte (b) no solo LBd, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.....	23
03. Teor de carbono nas frações argila (a) e silte (b) no solo LVdf, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.....	24
04. Teor de carbono nas frações argila (a) e silte (b) no solo LBd, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.....	26
05. Relação entre os teores da fração tamanho argila obtidos em diferentes níveis de energia de sonicação nos solos LVdf, LBd e LAw.....	28

06. Relação entre os teores da fração tamanho silte obtidos em diferentes níveis de energia de sonicação nos solos LVdf, LBd e LAw.....	29
--	----

1 INTRODUÇÃO

Os Latossolos são solos que ocupam extensas áreas cultivadas no Brasil (cerca de 33%). São típicos de regiões tropicais, de clima quente e úmido, onde o intenso intemperismo propiciou a formação de minerais de argila de baixa atividade como a caulinita, óxidos de ferro e alumínio.

Nestes solos, a matéria orgânica desempenha importante papel nas suas características químicas, físicas e biológicas através do fornecimento de nutrientes às plantas, retenção de cátions, complexação de micronutrientes e elementos tóxicos, além de atuar na estabilidade estrutural do solo, na infiltração e retenção de água e na atividade da biomassa microbiana.

Atualmente assume-se que a matéria orgânica seja, provavelmente, o componente que melhor representa a qualidade do solo, quando se tem em mente a sustentabilidade e a qualidade do ecossistema agrícola. Entretanto, a caracterização da matéria orgânica somente pela quantificação dos teores de carbono e nitrogênio é insuficiente. Um melhor entendimento sobre a dinâmica da matéria orgânica do solo exige conhecimentos mais aprofundados sobre suas propriedades e características químicas e físicas, seus principais constituintes e de sua associação com os minerais do solo na formação de complexos organominerais.

A possibilidade da alteração das moléculas orgânicas e a extração das substâncias húmicas de compartimentos distintos no solo, tem levado à utilização de técnicas que usam princípios físicos (fracionamento físico), como alternativa ao uso do fracionamento químico, possibilitando o isolamento da matéria orgânica associada ou não a um determinado tamanho de partícula mineral, sem sua alteração química.

Neste sentido, o fracionamento físico por granulometria é baseado na separação de frações da matéria orgânica que estejam associadas a constituintes minerais, agrupados em diferentes tamanhos de partículas. Neste caso, objetiva-se uma máxima dispersão das partículas do solo, com mínima alteração da amostra, ou seja, sem solubilização ou transferência de material orgânico entre as frações obtidas. Estas frações representarão a matéria orgânica associada às partículas minerais primárias (areia, silte e argila).

No fracionamento físico do solo, o aparelho de ultra-som é usado para sonicar a amostra. O princípio da sonicação é de que a vibração ultra-sônica comunica a energia vibracional para a solução do solo causando a formação de microscópicas bolhas (cavitação). O rompimento das bolhas na suspensão do solo produz pressão e energia suficiente para o rompimento de ligações responsáveis pela agregação de partículas.

O presente estudo foi realizado em amostras do horizonte A de três Latossolos, que foram submetidas a seis níveis de energia ultra-sônica, obtendo-se a dispersão do solo nas frações. Na energia onde ocorreu a máxima dispersão do solo, efetuou-se o fracionamento químico das frações silte e argila, com o objetivo de avaliar a relação e o efeito do tipo de Latossolo na distribuição da matéria orgânica em ácidos fúlvicos e ácidos húmicos nessas frações.

As hipóteses formuladas para o desenvolvimento desse estudo foram: a) a energia de sonicação para a máxima dispersão do solo é variável entre os Latossolos, e está relacionada a características como, o teor de matéria orgânica, textura, quantidade e tipo de óxidos na fração argila; b) a distribuição da matéria orgânica em ácidos fúlvicos e húmicos nas frações argila e silte depende do tipo de Latossolo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Latossolos

Segundo Inda Junior (2002), “os Latossolos são formações muito antigas e profundas, em geral distribuídos por amplas superfícies de erosão e pedimentos, em relevo plano ou suavemente ondulado. São desenvolvidos de materiais de origem pseudo-autóctones ou retrabalhados dos mais diversos tipos de rochas e sujeitos ao longo de sua evolução a processos poligenéticos em razão de mudanças nas condições pedoambientais”.

A mineralogia dos Latossolos está relacionada com o material de origem e ao grau de alteração que os mesmos sofreram pela ação dos processos pedogenéticos. O processo de latolização envolve a dessilicação e lixiviação de Ca, Mg, K e Na, resultando em baixa concentração destes elementos nestes solos. Durante o intemperismo dos minerais primários e pedogênicos do tipo 2:1, à medida que ocorre a lixiviação de cátions e a dessilicação em Latossolos, formam-se minerais do tipo caulinita (1:1) e óxidos de ferro e alumínio.

Segundo Moura Filho e Buol (1972) a fração argila dos latossolos é composta principalmente de caulinita, gibbsita, goethita e hematita. Os latossolos caracterizam-se ainda pela completa ou quase completa ausência de minerais primários facilmente intemperizáveis (Bennema & Camargo, 1964; Resende, 1976; Camargo et al., 1988; Oliveira et al., 1992).

A caulinita faz parte do grupo de minerais mais abundantes da fração argila dos solos em nível mundial, constituindo-se o principal mineral silicatado das argilas dos latossolos. Apesar de sua baixa superfície específica e

capacidade de troca catiônica (CTC), a caulinita desempenha um papel importante nas propriedades químicas dos latossolos.

O baixo conteúdo de silte é uma característica comum destes solos, porque minerais primários são instáveis nesta fração e minerais secundários são encontrados principalmente na fração argila. O alto conteúdo de silte encontrado em alguns perfis oxídicos está relacionado com a forte agregação das partículas e a falha dos métodos de dispersão utilizados para caracterizá-los. As inspeções microscópicas de Latossolos mostram que a fração silte consiste de pseudo-silte ou grãos pseudomórficos de gibbsita (Donagemma, 2000).

Os principais óxidos de ferro encontrados na fração argila dos Latossolos são a hematita e a goethita, mas ainda se fazem presente a maghemita e a ferrihidrita, dependendo das condições pedogenéticas reinantes (Resende, 1976; Fontes, 1988; Ker, 1995). Normalmente esses óxidos ocorrem dispersos no solo, na forma de finas partículas ou recobrando outros minerais, formando complexos com a matéria orgânica (Oades, 1963; Kämpf, 1988; Schwertmann & Taylor, 1989). A gibbsita é o principal óxido de alumínio que ocorre nos Latossolos (Hsu, 1989; Fontes & Weed, 1991), podendo originar-se de um processo rápido de intemperismo dos aluminossilicatos, ou por um intemperismo longo e menos intenso, a partir do intemperismo da caulinita. Nos Latossolos a presença de gibbsita encontra-se relacionada com o intemperismo intenso, favorecido pelas altas temperaturas, drenagem livre ou circulação intensa de água permitindo a saída de sílica e bases do sistema. Os Latossolos brasileiros da região dos cerrados têm maior concentração de gibbsita, refletindo um maior estágio de intemperismo, quando comparados com os solos das regiões mais úmidas e frias do sul do Brasil, onde predomina a caulinita (Souza, 1979).

Existe uma relação entre a cristalinidade dos óxidos de ferro e a matéria orgânica presente nos solos, sendo que, quanto maior o teor de carbono orgânico do solo, maior a relação $Fe_{\text{oxalato}}/Fe_{\text{dicionito}}$ (Oades, 1989). Isto possibilita a conclusão que, a matéria orgânica inibe a cristalinidade dos óxidos de ferro (Schwertmann, 1966).

O Latossolo Vermelho Distroférico típico que ocorre no Rio Grande do Sul, origina-se principalmente do basalto e constitui-se de um solo profundo e bem drenado. Geralmente a textura é argila pesada, com predomínio do tipo caulínítico e óxidos de Fe e Al. Já o Latossolo Bruno Distrófico húmico, possui como substrato o basalto e constitui-se de um solo moderadamente profundo e bem a moderadamente drenado (Ministério da Agricultura, 1973).

O Latossolo Amarelo Ácrico possui a fração argila de natureza essencialmente caulínítica e gibbsítica, e valores de alumínio trocável relativamente elevados. Habitualmente são solos de elevada acidez, contendo quantidade muito pequena de óxidos de ferro na fração argila (Macedo, 1986).

2.2 Matéria Orgânica

A matéria orgânica do solo (MOS) é resultante, principalmente, da deposição de resíduos ao solo (tanto de origem animal como vegetal). Estes, ao serem depositados, sofrem inicialmente decomposição parcial pela mesofauna e, posteriormente, a ação decompositora dos microrganismos. O carbono presente na MOS é tido como a forma mais abundante desse elemento quando se considera o seu ciclo global na superfície, excedendo o conteúdo da atmosfera e da biomassa terrestre, porque é nesses compartimentos que o carbono está prontamente disponível para participar do ciclo global (Stevenson, 1986).

A MOS é um dos componentes do solo, complexo, dinâmico e reativo. É um importante constituinte do solo, porque afeta as propriedades químicas, físicas e biológicas dos solos. Ela possui uma função nutricional, ao servir como fonte de nutrientes para o crescimento de plantas; uma função biológica, ao influir na atividade da microbiota do solo; e uma função física, ao promover uma boa estruturação e aeração do solo e aumentar a retenção de água (Stevenson, 1994). Em adição, a matéria orgânica do solo está envolvida na agregação das partículas do solo, na quelação de metais, na bioatividade e na persistência e biodegradabilidade de agrotóxicos.

A MOS pode ser dividida em duas reservas, diferindo em estrutura e função. A fração leve “livre” é formada por resíduos de plantas e animais não

decompostos e seus produtos de decomposição parcial, que possuem uma rápida taxa de movimento no solo, e serve com fonte de nutrientes para as plantas, além de apresentar densidade específica mais baixa do que dos minerais do solo. Utilizando-se desta última característica, líquidos com densidade de 1,6 a 2,0 kg L⁻¹ (NaI, Na₆(H₂W₁₂O₄₀) · H₂O, ZnBr₂, CsCl), são comumente usados para separar a fração leve.

A fração “pesada” inclui produtos mais processados formando complexos organominerais, apresentando baixo movimento e alta densidade específica, devido a estar intimamente associada com os minerais do solo (Greenland 1965, 1971).

A MOS é composta de substâncias húmicas e não húmicas, onde as substâncias húmicas (SH's) compreendem compostos de alto peso molecular, altamente acídicos e formados por reações de síntese secundária ou pela preservação seletiva de compostos (Stevenson e Elliott, 1989; Stevenson, 1994). As SH's representam uma complexa mistura de moléculas apresentando formas e tamanhos variáveis (Stevenson, 1982; Hayes, 1985; Swift, 1985; Parsons, 1988), são mais estáveis e compreendem a maior porção da matéria orgânica (Schnitzer, 1991). As SH's são usualmente fracionadas com base na sua solubilidade em meio ácido e básico, onde o ácido húmico (AH) é solúvel em álcali e insolúvel em ácido; o ácido fúlvico (AF) é solúvel em ácido e em meio básico e a humina (HU) insolúvel em qualquer faixa de pH (Stevenson, 1994).

Entre as SH's, o AH caracteriza-se por um maior peso molecular, maior conteúdo de carbono e menor de oxigênio do que o AF e pela presença menos abundante de grupos funcionais carboxílicos e fenólicos, afetando em maior grau as características físicas do solo, como agregação e retenção de água. O AF por apresentar menor peso molecular, maior solubilidade e maior conteúdo de grupos funcionais carboxílicos e fenólicos do que os AH afetam mais diretamente as propriedades químicas do solo, como a complexação de íons metálicos e aumento da CTC (Stevenson, 1994).

No estudo das SH's, uma das técnicas utilizadas é a espectroscopia do ultravioleta visível, que possibilita a medida da absorbância em 440 nm (E₄) e 660 nm (E₆), que associadas, possibilitam a determinação da razão E₄/E₆

usada como parâmetro do grau de humificação. A absorção da radiação no UV-Vísivel por compostos orgânicos é devido à presença de cromóforos (Stevenson, 1994), os quais são grupos de átomos com ligações não saturadas, sendo que sua faixa de absorção vai de 200 a 400 (UV) e de 400 a 800 (Visível) (Bloom & Leenher, 1989). Essa técnica é de fácil manuseio, apresenta rapidez na determinação e de baixo custo operacional.

No estudo da MOS, o clima é assumido como de grande importância sobre as características da matéria orgânica, devido principalmente à influência da temperatura e umidade na intensidade da decomposição microbiana (Stevenson, 1982; Burke et al., 1989). Já as características minerais do solo, influenciam no tipo e grau de associação entre compostos orgânicos e minerais e interferem na estabilidade e no nível de recalcitrância química que a MOS venha a apresentar (Duxbury et al., 1989; Sollins et al., 1996; Baldock & Skjemstad, 2000).

2.3 Fracionamento Físico

A quantificação da distribuição da matéria orgânica nas frações granulométricas depende de uma adequada dispersão do solo. Caso a dispersão seja incompleta, agregados de partículas finas podem ser incluídos no tamanho de frações grosseiras, e quantificadas, como tal. Por esta razão, um considerável número de pesquisas vem contribuindo no estudo de métodos para a dispersão do solo através de princípios físicos (Christensen, 1985).

Os procedimentos de fracionamento físico tem sido aplicado usualmente em estudos onde o objetivo é a recuperação da “fração leve” no estabelecimento da natureza da MOS em complexos organominerais e na determinação do tipo de MOS envolvida na estabilização de agregados em água (Stevenson e Elliot, 1989). As técnicas de fracionamento físico do solo são consideradas quimicamente menos destrutivas, e os resultados obtidos de fracionamento físico do solo são relacionados mais diretamente com a estrutura e função da MOS *in situ* (Morra et al., 1991; Ladd et al., 1993). Através do fracionamento físico por densidade e tamanho da partícula, a fração de complexos organominerais primários do solo pode ser estudada quanto à

dinâmica da matéria orgânica, o que tem sido relacionado com a estrutura e função desta *in situ* (Andreux, 1996).

A MOS é fracionada fisicamente através da dispersão dos agregados, resultando em complexos organominerais que serão separados uns dos outros usando líquidos de diferentes densidades ou por tamanho de partículas fracionadas. O fracionamento físico por densidade e granulometria mostra-se promissor em dividir fisicamente os compartimentos da MOS, que são distintos entre si quanto à composição e função biológica (Christensen, 1992).

No fracionamento físico por densidade, o solo é disperso em um líquido ou solução inorgânica com densidade específica na faixa de 1,6 a 2,2 kg L⁻¹, que é empregado para isolar a MOS que não está fortemente associada com parte dos minerais do solo.

O fracionamento físico por granulometria ou tamanho de partícula separa partículas ou compartimentos organominerais baseado no diâmetro esférico equivalente, onde se utiliza dispersão, peneiramento úmido e sedimentação, e tem sido usado extensivamente no estudo da MOS (Edwards & Bremner, 1967; Turchenek & Oades, 1979; Anderson et al., 1981; Christensen, 1985).

O princípio da sonicação é de que a vibração ultra-sônica comunica a energia vibracional para a solução do solo causando cavitação (formação de microscópicas bolhas). Na suspensão do solo, o rompimento das bolhas produz pressão e energia suficiente para o rompimento de ligações responsáveis pela agregação (Gregorich et al., 1988).

No fracionamento físico, a energia de ultra-som tem sido utilizada para dispersar o solo sem prévia destruição da matéria orgânica (Edwards & Bremner, 1967; Watson, 1971; Genrich & Bremner, 1972; Watson & Parsons, 1974; North, 1976). Muitos autores expressam preocupação com a falta de padronização da energia ultrassônica utilizada para a dispersão (Watson, 1971; North, 1976; Christensen, 1992; Raine & So, 1993,1994). Numerosos fatores tais como potência liberada pelo aparelho, tempo de sonicação, relação solo-água, temperatura da suspensão e profundidade de inserção da haste do

aparelho na suspensão podem influir na eficiência da dispersão (Raine & So, 1994).

Mesmo carecendo destas padronizações é bastante promissor o uso desta técnica em estudos de agregação do solo, uma vez que a mensuração da energia aplicada a uma suspensão constitui uma base conveniente para a comparação entre trabalhos que relacionam o rompimento de agregados do solo sob diferentes condições (Raine & So, 1993). É importante ressaltar que, o êxito do tratamento de solos com ultra-som, depende da especificação do instrumento, do processo experimental e das características do solo.

A determinação da energia efetiva produzida por cada aparelho é usualmente baseada na calorimetria da água (North, 1976; Raine & So, 1993,1994). A produção de energia varia não somente entre fabricantes e modelos de aparelho, mas também entre instrumentos de mesma marca e modelo individualmente (Schmidt et al., 1999). A partir disto, torna-se indispensável o estabelecimento de um relacionamento linear entre a energia efetivamente produzida pela sonda e a respectiva atribuição na escala do aparelho, utilizando-se a energia efetivamente produzida como parâmetro para a condução dos ensaios.

Para avaliar-se a eficiência da dispersão através da sonicação, a montagem de um experimento completo deve ser considerada. Christensen (1985), relacionou a energia ultrassônica com a dispersão, o que consiste em expressar a energia emitida pelo aparelho por unidade de volume de suspensão solo-água, sendo este critério adotado em diversos trabalhos. Assim, o grau de dispersão do solo, produzido por um dado nível de energia ultra-sônica, pode ser considerado padrão para comparar a distribuição do tamanho de partículas obtido com o método clássico de dispersão química (Edwards e Bremner, 1967).

Raine & So (1994) encontraram que a quantidade de energia consumida para a completa dispersão do solo depende do tipo de solo. Neste sentido, o teor de argila dispersada pela sonicação é um parâmetro adequado para avaliar o rompimento de agregados (Christensen, 1992). Segundo Gregorich et al. (1988), a argila dispersada a baixos níveis de energia provém do material que liga microagregados entre si formando macroagregados,

enquanto microagregados somente são rompidos em níveis de energia mais altos (a partir de 450 J mL^{-1}).

O aumento na intensidade de sonicação pode resultar na redistribuição de material orgânico entre as frações mais finas do solo quando comparado com os resultados em energia de sonicação de baixa intensidade (Elliott e Cambardella, 1991). Segundo Christensen (1992), a excessiva dispersão pode causar abrasão de complexos organominerais e redistribuição da MOS separada entre frações. Por outro lado, a incompleta dispersão causa a superestimação de frações de tamanho de partícula maior, contendo uma desconhecida mistura de complexos organominerais primários e secundários.

Utilizando-se do fracionamento físico para avaliar a estabilidade da matéria orgânica em três solos do Rio Grande do Sul com diferentes textura e mineralogia, Bayer (1996) concluiu que a taxa de decomposição da matéria orgânica, ou seja, sua estabilidade foi pouco afetada pela recalcitrância intrínseca da fração orgânica, sendo diretamente relacionada aos teores da fração argila dos solos, nas quais predominam óxidos de ferro e caulinita.

Em um estudo onde foi utilizado o fracionamento físico através da sonicação (450 J mL^{-1}) de amostras do horizonte A de oito latossolos, Gonçalves (2002) encontrou a formação de pseudo-silte nestes solos, o que atribuiu a necessidade de uma calibração prévia específica para cada solo da energia de sonicação a ser aplicada.

A aplicação da sonicação em amostras de solo possibilita o desenvolvimento de pesquisas onde seja importante a dispersão sem o uso de reagentes químicos, causando a mínima alteração de seus constituintes. Neste sentido temos, por exemplo, o seu emprego em estudos sobre a dispersão e sobre a natureza e propriedades dos minerais do solo e de complexos argila-MOS.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Descrição geral do estudo

Este estudo foi conduzido em amostras de horizontes A de três Latossolos: Latossolo Vermelho Distroférico típico (LVdf), Latossolo Bruno Distroférico húmico (LBd) (mapeados no Levantamento de Solos do estado do Rio Grande do Sul, como Santo Ângelo e Vacaria, respectivamente) (Ministério da Agricultura, 1973) e Latossolo Amarelo Ácrico (LAW) (EMBRAPA, 1999), sendo os dois primeiros sob vegetação de campo nativo e o último sob cerrado (Tabela 1). As amostras foram coletadas de perfis modais, e a descrição da coleta consta em Gonçalves (2002).

As análises foram desenvolvidas no Laboratório de Química do Solo do Departamento de Solos na Faculdade de Agronomia e no Instituto de Química, ambos na Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

As amostras foram secadas ao ar, destorroadas com rolo manual e peneiradas a 2 mm, obtendo-se a fração terra fina seca ao ar (TFSA), onde foram realizadas as análises.

3.2 Fracionamento físico da matéria orgânica

A metodologia a seguir descrita foi adaptada de Christensen (1992; 2000) e Shang & Tiessen (1997; 1998).

TABELA 1 – Classificação, local de coleta e descrição das amostras dos solos estudados.

Legenda	Solo		
	LVdf	LBd	LAW
Classificação ¹	Latossolo Vermelho Distroférico típico	Latossolos Bruno Distrófico húmico	Latossolo Amarelo Ácrico
Local de coleta ²	Augusto Pestana, RS	Vacaria, RS	Planaltina, DF
Profundidade ² (cm)	0-23	0-30	0-19
Vegetação Local ²	Campo Nativo	Campo Nativo	Cerrado
Material de origem	Basalto ³	Basalto ³	Sedimentos argilosos ⁴
Precipitação média anual (mm)	1712 ³	1700 ³	1500
Temperatura média anual (°C)	19,3	15,2	20,0

¹Ministério da Agricultura (Secretaria de Agricultura do RS, 1973); ²Gonçalves (2002); ³Kämpf & Schwertmann (1983), Macedo (1986); ⁴EMBRAPA (1999).

3.2.1 Separação da matéria orgânica leve livre (MOLL)

Foram pesadas 30 g de solo em um frasco plástico com tampa rosqueada, onde posteriormente efetuou-se a adição de 120 mL de Iodeto de

Sódio (NaI), com densidade de $1,6 \text{ kg L}^{-1}$. A suspensão foi rotacionada cinco vezes, manual e suavemente, em um ângulo de 180° com posterior sedimentação por 15 minutos. Em seguida, as amostras foram centrifugadas a 2800 rpm por 35 minutos. Este procedimento foi repetido uma vez para otimizar a separação da matéria orgânica leve livre (MOLL). O sobrenadante foi filtrado em vidro sinterizado com diâmetro de poro de 25 micras. Através deste procedimento inicial obteve-se a MOLL, que foi lavada com água destilada e colocada em estufa à temperatura de 40°C , até peso constante.

Após a extração da MOLL, adicionou-se 120 mL de água destilada ao resíduo de solo no frasco, rotacionando-se o mesmo de forma semelhante ao procedimento da separação da MOLL, com posterior centrifugação da amostra por 1 hora a 2000 rpm. O sobrenadante foi descartado. Esta operação foi repetida uma vez, e objetiva a retirada de NaI da amostra de solo.

3.2.2 Calibração do aparelho e determinação da energia de sonicação

O nível de energia ultra-sônica apresentada no mostrador dos aparelhos pode não corresponder à energia efetivamente aplicada por sua sonda, sendo que esta discrepância varia de aparelho para aparelho. Conseqüentemente a calibração prévia do aparelho torna-se necessária. A determinação da energia efetivamente aplicada pela sonda pode ser realizada através das propriedades caloríficas da água (North, 1976; Christensen, 2000). Para a calibração do aparelho empregado no presente estudo seguiu-se a metodologia adotada no Instituto de Solos da Universidade Técnica de Munique (Freising, Alemanha), adaptada de Schmidt et al. (1999). Em um frasco de paredes adiabáticas (Dewar), foram adicionados 200 mL de água destilada, com subseqüente medição da temperatura da água. A seguir foi aplicada uma potência de sonicação correspondente a 10% da potência máxima durante 120 segundos. A temperatura da água após a sonicação foi imediatamente medida. A seguir, o frasco foi lavado três vezes com água destilada, a fim de restabelecer a temperatura ambiente.

As determinações de temperatura antes e após a sonicação foram repetidas para intervalos de amplitude de 10% da potência máxima até o nível de 80% da potência máxima, repetindo-se o procedimento anteriormente descrito.

A diferença de temperatura antes e após sonicação (ΔT) foi plotada para cada amplitude de sonicação apresentado no mostrador do aparelho e a equação da reta correspondente foi obtida por regressão linear. Esta operação serve para normalizar a amplitude progressivamente liberada pela sonda. A partir da equação da reta obtida ($P = a + b \times \Delta t$), calcula-se o valor de Δt correspondente à amplitude máxima de 80% da potência.

A potência de sonicação efetivamente aplicada pela sonda na amplitude de 80% é calculada através da aplicação da equação abaixo (Schmidt et al. 1999):

$$P \text{ (Js}^{-1}\text{)} = (\Delta T \times V \times C) / t$$

onde, $P \text{ (J/s)}$ = potência da sonda em J s^{-1} ; ΔT = variação entre a temperatura final e inicial na amplitude de 80%; V = volume da suspensão, em mL; $C = 4,184 \text{ J/g K}$ (capacidade calorífica da água); t = tempo de sonicação, 120 segundos.

O volume da solução (solo e água) efetivamente utilizado durante o ensaio de sonicação das amostras, foi calculado somando-se o volume da amostra de solo utilizada e o de água adicionado. O volume da amostra de solo foi obtido dividindo-se a massa de solo empregada pela sua densidade de partícula (arbitrada como $2,65 \text{ g cm}^{-3}$).

A energia de sonicação (J mL^{-1}) aplicada foi calculada segundo a fórmula:

$$E = P \times t / V,$$

onde, P = potência liberada pela sonda (J s^{-1}); t = tempo de sonicação em segundos; V = volume de suspensão em mL.

3.2.3 Sonicação das amostras

Após separação da MOLL com NaI e centrifugação, as amostras de solo foram submetidas a sonicação, utilizando-se o Processador de Ultra-som Sonics & Materials (*Vibra cell*), cuja fonte é dotada de 400 W de potência. As amostras foram transferidas do frasco de centrifugação para um frasco reator, que possibilita a refrigeração das paredes pela circulação contínua de água corrente. Foram adicionados 200 mL de água destilada ao solo e a ponteira da sonda de ultra-som (12,5 mm de diâmetro) foi imersa 15 mm dentro da suspensão e aplicou-se a sonicação. Foram aplicadas em amostras distintas as energias de 200, 400, 800, 1200, 1600 e 2000 J mL⁻¹.

3.2.4 Obtenção das frações

A fração de 200-53 µm, correspondentes às frações areia grossa e areia fina, foram obtidas por peneiramento úmido e as frações silte (53-2 µm) e argila (< 2 µm) foram separadas por sedimentação acelerada por centrifugação. As condições experimentais para a separação da fração silte da fração argila, variam para cada centrifuga e tubo de centrifugação. Variam também em função da viscosidade da suspensão, que depende de sua temperatura. Complementarmente, a velocidade de rotação e o diâmetro das partículas que se deseja separar influenciarão no tempo de centrifugação a ser utilizado. Para se ajustar a todos estes requisitos, adotou-se o procedimento sugerido por Jackson (1956).

As frações obtidas foram secadas em estufa a temperatura de 40°C, até peso constante. Após a determinação gravimétrica das diferentes frações obtidas, as amostras foram finamente moídas em gral de ágata e homogeneizadas. Em todos os solos, foram feitas duas repetições para os seis níveis de energia utilizados.

3.2.5 Ensaio da prévia separação da MOLL

Para verificar-se a necessidade da separação da MOLL antes da aplicação da energia de sonicação nas amostras, efetuou-se um ensaio onde os solos LVdf e LBd, foram submetidos à aplicação das energias de sonicação de 400 e 1200 J mL⁻¹, em amostras onde foi feita a prévia separação da MOLL e em amostras de solo inteiro. Este procedimento teve como objetivo verificar a influência da MOLL na distribuição do carbono das frações após sonicação e, através dos resultados obtidos, verificar se ocorreu ou não redistribuição desta fração para as outras frações do solo quando não se efetuou a prévia separação da MOLL.

3.3 Determinação do carbono orgânico total

Os teores de carbono orgânico total (C_t) na MOLL e na fração areia grossa e areia fina, foram determinados através de análise elementar, em analisador elementar Perkin Elmer 2400. Nas frações silte e argila, o carbono orgânico total foi determinado por combustão úmida pelo método Walkey & Black adaptado por Tedesco et al. (1995).

3.4 Fracionamento químico da matéria orgânica do solo

O fracionamento químico, para a obtenção das substâncias húmicas solúveis (ácidos fúlvico e húmico) e da humina, foi efetuado nas frações silte e argila, obtidas através do emprego da energia de sonicação onde ocorreu a máxima dispersão. Em cada fração foram feitas três repetições.

3.4.1 Extração das substâncias húmicas solúveis (SH's)

Na extração das substâncias húmicas foi utilizada metodologia apresentada por Dick et al. (1997), conforme descrição abaixo:

Três gramas de solo foram tratadas inicialmente com 30 mL de HCl 0,5 mol.L⁻¹ sob agitação de duas horas. Este procedimento foi repetido duas

vezes. O sobrenadante de cada extração foi separado do solo por centrifugação (15 minutos a 2000 rpm) e colocado em um frasco coletor, com posterior medição do volume.

A seguir adicionou-se ao solo 30 mL de NaOH 0,5 mol L⁻¹ e procedeu-se a agitação durante 3 horas. O sobrenadante, contendo as substâncias húmicas solúveis, foi separado do resíduo por centrifugação (15 minutos a 2000 rpm). Repetiu-se este procedimento por cinco vezes, sendo que o sobrenadante obtido em cada extração foi coletado no mesmo frasco. Este extrato foi filtrado em papel analítico quantitativo para remover a fração argila que não tenha sedimentado durante a centrifugação.

Completo-se o volume do sobrenadante a um valor conhecido e retirou-se uma alíquota de 10 mL para análise do teor de carbono e determinação por espectroscopia UV/Vis. No sobrenadante restante determinou-se o pH e adicionou-se HCl 0,5 mol L⁻¹ até pH 2, deixando-se o material em repouso durante 24 horas, com o objetivo de separar o ácido húmico, (AH, fração insolúvel em pH 2) do ácido fúlvico, (AF, fração solúvel em pH 2). As frações foram separadas por centrifugação de 15 minutos a 2000 rpm. O AH foi seco a 60 °C até peso constante.

3.4.2 Quantificação das substâncias húmicas

As frações húmicas foram quantificadas através da determinação do teor de carbono no sobrenadante da respectiva fração.

Na fração substâncias húmicas solúveis, o teor de carbono foi determinado espectroscopicamente através da absorbância de luz da suspensão a 580 nm, após reação durante 4 horas, a 60°C, com solução de dicromato de potássio 1,25 M (2 mL de solução e 2 mL de dicromato). A curva de calibração foi feita a partir de solução padrão de glicose abrangendo um intervalo de 0 a 200 ppm (Dick et al, 1997).

A partir dos resultados obtidos foi calculada a razão C_{SHs}/C_t .

3.4.3 Espectroscopia na região Ultra Violeta-Visível (UV-Vis)

Inicialmente preparou-se as soluções de AH, dissolvendo-se 0,2 mg de amostra em 10 mL de solução de NaHCO_3 de $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ a pH 8,0. Já a solução de AF foi obtida pela elevação do pH da solução de AF original até 7,0-8,0 através da adição de solução de NaOH 0,1 M.

Os espectros de AH e AF em solução foram determinados na região de 200 a 800 nm em um aparelho Shimadzu UV-160^A e a razão E_4/E_6 (absorbância a 460 nm e a 660 nm respectivamente) foi calculada segundo Chen et al. (1977).

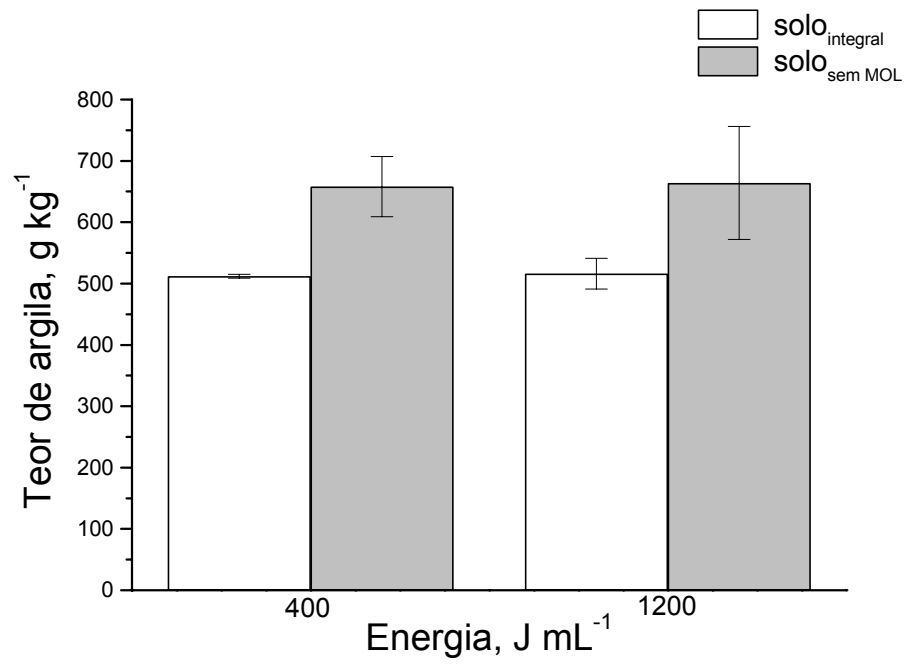
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Efeito da separação da matéria orgânica leve livre previamente a sonicação

O efeito da separação prévia da matéria orgânica leve livre (MOLL), testada em horizontes A do Latossolo Vermelho (LVdf) e do Latossolo Bruno (LBd), em dois níveis de energia de sonicação (400 e 1200 J mL⁻¹), foi avaliado em função da distribuição das frações argila e silte e dos respectivos teores de carbono.

No solo LVdf, em ambas energias de sonicação o teor de argila_{solointegral} foi inferior na amostra em que a MOLL não foi separada previamente, quando comparado com a amostra em que houve separação prévia desta fração (Figura 1). Já na fração silte o comportamento verificado foi inverso. O comportamento observado deve-se, provavelmente, em parte à presença da MOLL na fração silte no tratamento em que o solo integral foi submetido a sonicação. Adicionalmente, quando a MOLL está presente durante a sonicação, ela pode estar absorvendo parte da energia aplicada na amostra, resultando no menor rompimento dos microagregados de argila, que são então quantificados como silte. Porém, considerando-se o baixo conteúdo de MOLL no solo (Tabela 2), a contribuição deste segundo fator nos resultados observados deve ser baixa. Um possível efeito dispersante do NaI pode também ter contribuído para o teor de argila mais elevado observado no tratamento com a prévia separação da MOLL.

(a)



(b)

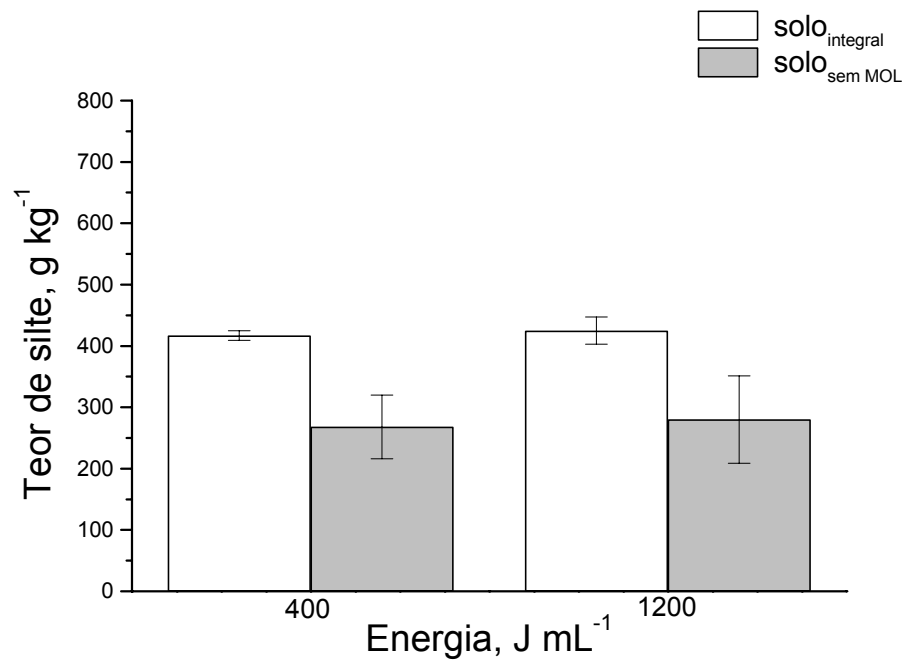


FIGURA 1 – Teor de argila (a) e silte (b) no LVdf, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.

TABELA 2 - Composição elementar, teor no solo e porcentagem do carbono total recuperado na MOLL dos solos LVdf, LBd e LAw.

Solo	LVdf	LBd	LAw
C/N do solo inteiro	12,6	12,5	16,1
C (g kg ⁻¹)	189,4	195,1	280,0
H (g kg ⁻¹)	22	22	n.d
N (g kg ⁻¹)	6	5	n.d
O (g kg ⁻¹)*	783	779	n.d
C/N	34	40	n.d
H/C	1,4	1,3	n.d
O/C	3,1	3,0	n.d
Massa seca (g kg ⁻¹)	3	5	6
% do COT	2,5	3,1	6,5

*Calculado por diferença O (g kg⁻¹) = 1000 – (C + H + N)

** Razão atômica; n.d = não determinado

O aumento do nível de energia de 400 J mL⁻¹ para 1200 J mL⁻¹ não implicou numa maior dispersão no solo LVdf, sendo os teores de argila e silte encontrados semelhantes para as duas energias, e para os dois tratamentos (solo integral e solo com separação da MOLL).

Para o solo LBd, o comportamento observado foi diferente do obtido para o solo LVdf (Figura 2). A aplicação de 400 J mL⁻¹ no solo integral (sem a prévia separação da MOLL), proporcionou a obtenção de um teor de argila maior (550 g kg⁻¹) do que quando se efetuou a separação da MOLL (440 g kg⁻¹). Quando a energia utilizada foi de 1200 J mL⁻¹, o teor de argila foi semelhante nos dois tratamentos (640 g kg⁻¹ e 610 g kg⁻¹, solo integral e solo com separação da MOLL, respectivamente).

Para a fração silte, o comportamento observado na energia de 400 J mL⁻¹ (380 g kg⁻¹ e 500 g kg⁻¹, no solo integral e solo com a prévia separação da MOLL, respectivamente) foi o inverso do obtido na fração argila. Analogamente à fração argila, o teor de silte obtido pela energia de 1200 J mL⁻¹ não foi afetado pela prévia separação da MOLL (310 g kg⁻¹ e 330 g kg⁻¹, solo integral e solo com a prévia separação da MOLL, respectivamente). Neste solo, o aumento do nível de energia de 400 J mL⁻¹ para 1200 J mL⁻¹ ocasionou um

aumento no teor de argila, e uma diminuição no teor de silte, sendo que quando ocorreu a prévia separação da MOLL, as diferenças observadas foram mais acentuadas (Figura 2). Este comportamento já havia sido observado por Christensen (1985), que afirma que, a aplicação de níveis de energia mais elevados ocasionam uma maior dispersão do solo.

No solo LBd, o efeito do aumento da energia de sonicação na dispersão se sobrepôs ao efeito da separação ou não da MOLL.

Quanto ao teor de carbono, no solo LVdf não ocorreu redistribuição significativa do carbono entre as frações em função da presença da MOLL do solo na energia de 400 J mL^{-1} (Figura 3). Resultado semelhante foi obtido por Christensen (1992), neste nível de energia, em solos europeus.

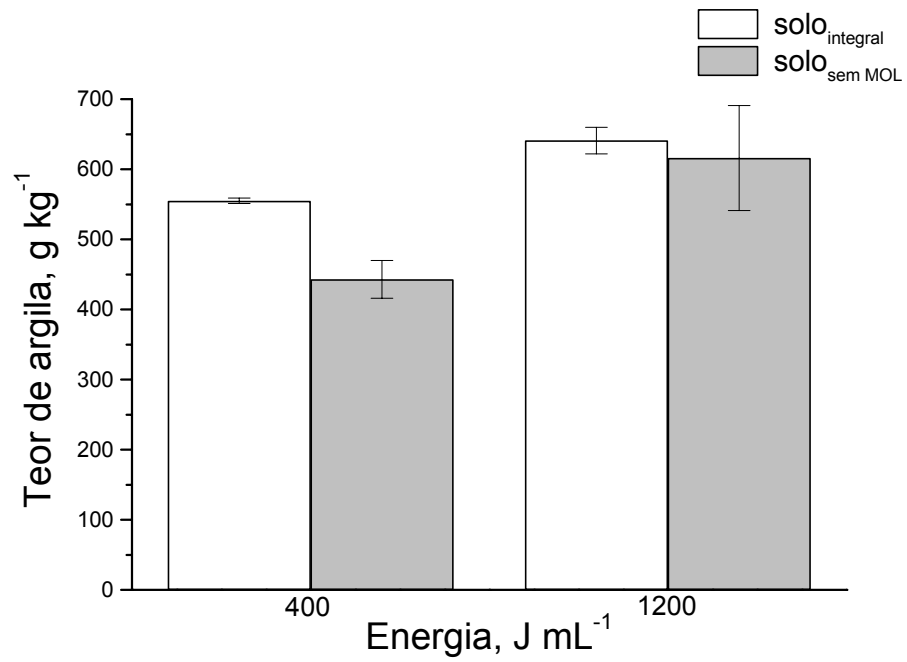
Na energia de 1200 J mL^{-1} , a separação prévia da MOLL causou uma diminuição do teor de carbono da fração silte. Este resultado, aliado ao menor teor de silte obtido no tratamento de 1200 J mL^{-1} (Figura 1), indica que a MOLL, quando não separada previamente se distribui e é quantificada na fração silte.

Para o LBd, a não separação da MOLL acarretou uma redistribuição do carbono entre as frações monitoradas em ambos os níveis de energia (Figura 4).

Na energia de 400 J mL^{-1} , o comportamento do teor de carbono não foi acompanhado por uma variação análoga ao teor de argila e silte. Provavelmente o nível de energia de 400 J mL^{-1} é muito baixo para provocar uma dispersão efetiva no solo LBd.

Na energia de 1200 J mL^{-1} , o teor de carbono diminuiu em ambas as frações analisadas, no tratamento com a prévia separação da MOLL, sugerindo uma redistribuição do carbono nestas frações, quando a MOLL não foi previamente separada. Deve-se considerar que o teor % MOLL é muito pequeno quando comparada com o carbono total do solo (Tabela 2) e esta diferença entre tratamentos não deve ser só devido à redistribuição da MOLL.

(a)



(b)

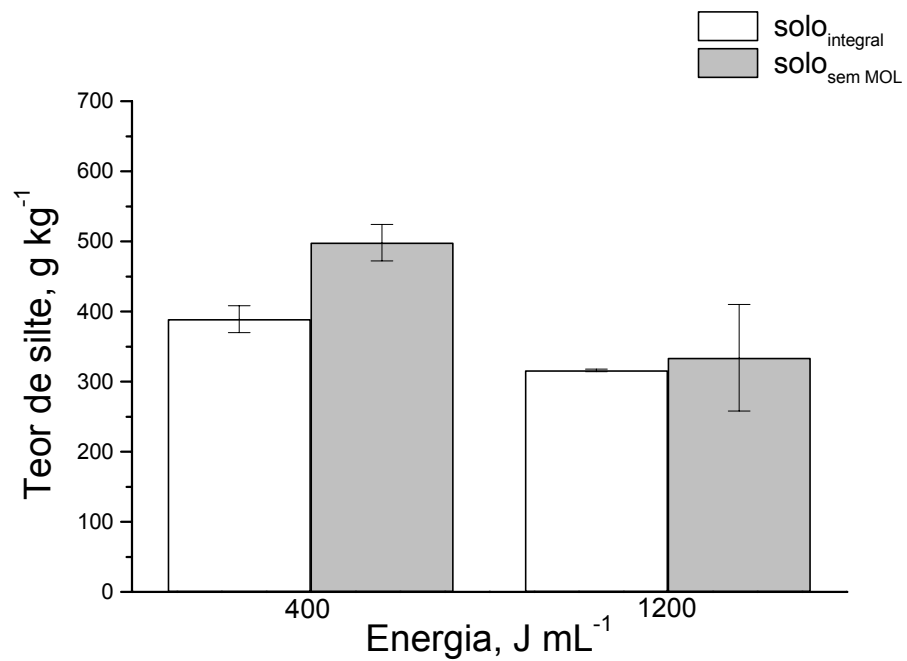
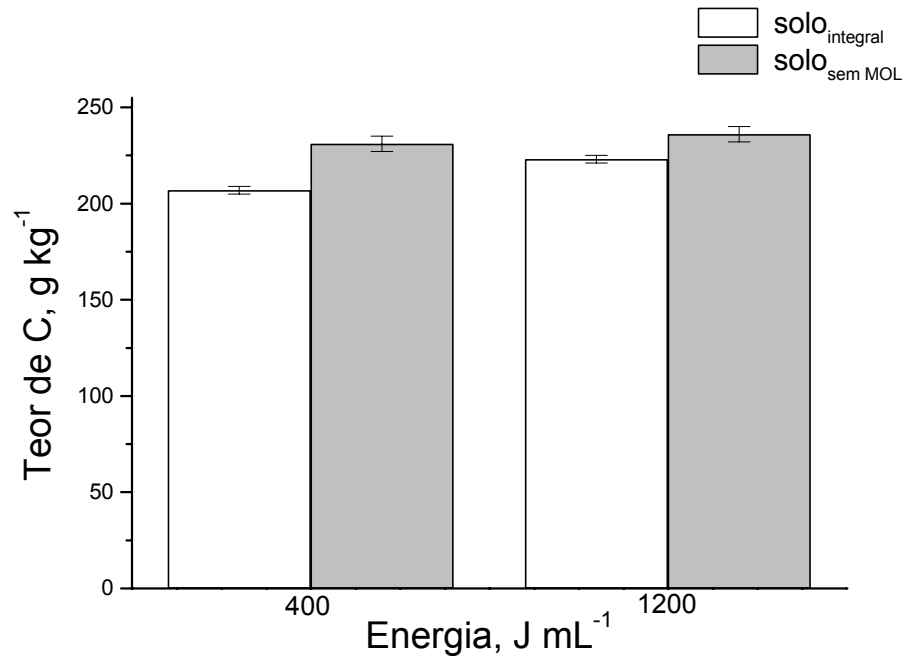


FIGURA 2 – Teor de argila (a) e silte (b) no solo LBd, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.

(a)



(b)

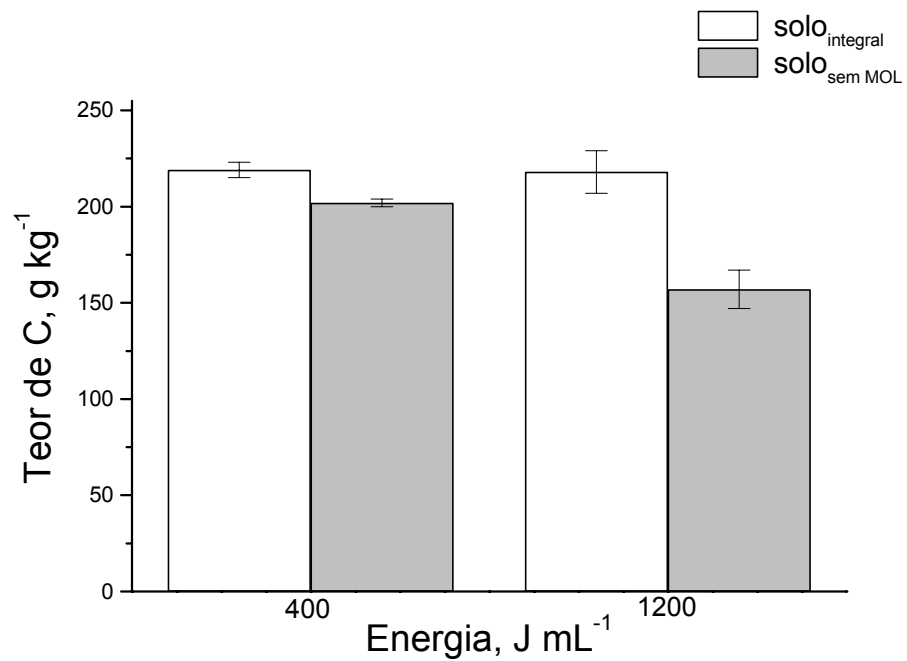


FIGURA 3 – Teor de carbono nas frações argila (a) e silte (b) no solo LVdf, em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.

Os resultados obtidos na quantificação das frações tamanhos silte e argila, e no teor de carbono encontrado nestas frações, apresentou comportamento diferente entre os solos estudados quando submetidos a dois níveis de energia de sonicação. A partir disto, fica demonstrada a necessidade da prévia separação da MOLL para homogeneização das condições experimentais.

4.1.1 Características da matéria orgânica leve livre

A massa de matéria orgânica leve (MOLL) encontrada nos solos estudados foi baixa ($< 0,6$ % da massa total do solo). Os resultados encontrados situaram-se no intervalo obtido por Janzen et al. (1992) para solos canadenses, e no obtido por Gonçalves (2002) para cinco latossolos brasileiros sob vegetação nativa, empregando politungstato de sódio como dispersante. Embora as quantidades no solo sejam baixas, devido às elevadas concentrações de carbono nesta fração (189 a 280 g kg⁻¹ de C), a MOLL representa importante reserva de carbono.

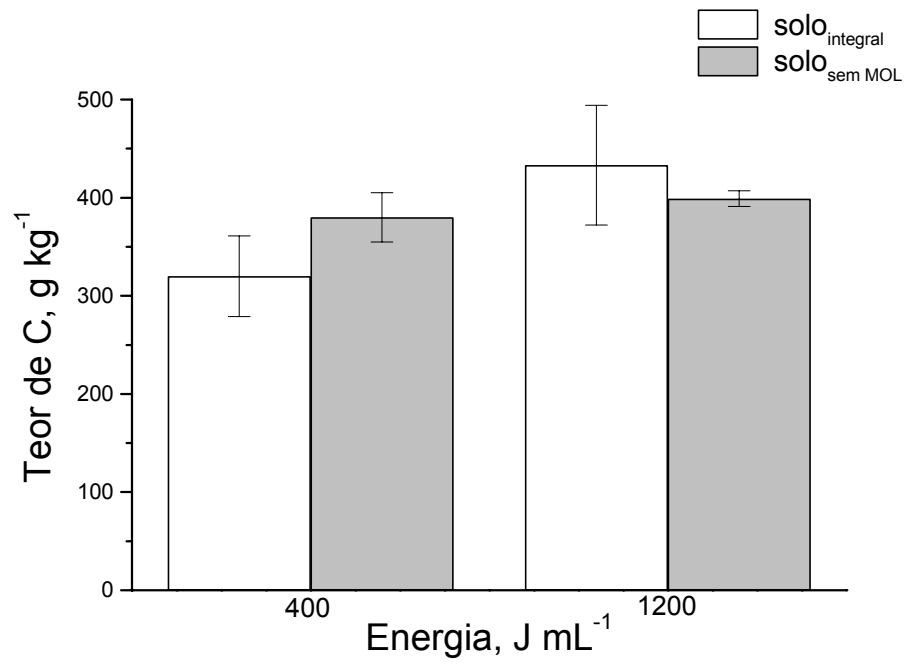
A composição química da MOLL presente nos solos LVdf e LBd, indica a presença de materiais pouco transformados ($C/N > 20$), caráter alifático ($H/C \approx 1,4$) e proporção elevada de grupos oxigenados ($O/C \approx 3,0$) (Tabela 2).

A distribuição do teor do C, H, N e O foi semelhante entre os solos LVdf e LBd. A relação C/N maior na MOLL do solo LBd deve estar relacionada à natureza da vegetação que compõe o campo nativo neste solo.

4.2 Fracionamento físico da matéria orgânica do solo em diferentes níveis de energia de sonicação

Em geral, o aumento da energia de sonicação provocou um aumento da proporção da fração mais fina ($< 2 \mu\text{m}$) e concomitante diminuição das

(a)



(b)

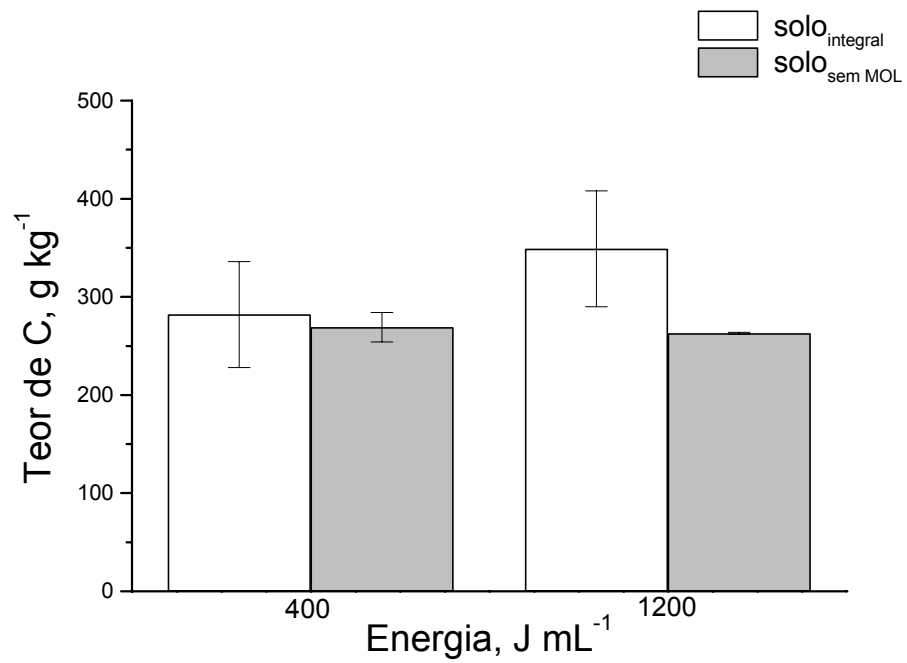


FIGURA 4 – Teor de carbono nas frações argila (a) e silte (b) no solo LBd em dois níveis de energia de sonicação aplicada no solo integral e no solo após a separação da MOLL.

frações mais grosseiras nos três solos (Tabela 3 e Figuras 5 e 6). No solo LVdf, o maior percentual de recuperação da fração silte ocorreu na energia de 200 J mL⁻¹ (370 g kg⁻¹ do solo inteiro) e o menor na energia de 800 J mL⁻¹ (260 g kg⁻¹ do solo inteiro). Para a fração argila a situação foi inversa, obtendo-se o maior percentual recuperado sob a energia de 800 J mL⁻¹ (700 g kg⁻¹) e o menor sob a energia de 200 J mL⁻¹ (550 g kg⁻¹) (Tabela 3).

TABELA 3 - Distribuição das frações granulométricas (g kg⁻¹) em função da energia de sonicação aplicada (J mL⁻¹) nos solos LVdf, LBd e LAw.

Fração Granulométrica	Energia de sonicação aplicada (J mL ⁻¹)					
	200	400	800	1200	1600	2000
-----Teor no solo LVdf (g kg ⁻¹) -----						
Areia grossa (2,000-0,210 mm)	30 ± 0	30 ± 0	20 ± 2	21 ± 2	14 ± 1	15 ± 2
Areia fina (0,210-0,053 mm)	39 ± 3	45 ± 2	20 ± 10	42 ± 12	30 ± 6	45 ± 0
Silte (0,053-0,002 mm)	370 ± 19	270 ± 37	260 ± 1	280 ± 50	290 ± 11	310 ± 1
Argila (< 0,002 mm)	550 ± 21	660 ± 34	700 ± 9	660 ± 65	620 ± 5	620 ± 2
----- LBd -----						
Areia grossa (2,000-0,210 mm)	41 ± 0	42 ± 0	49 ± 6	28 ± 3	22 ± 1	20 ± 2
Areia fina (0,210-0,053 mm)	11 ± 4	14 ± 1	18 ± 1	16 ± 6	6 ± 11	21 ± 1
Silte (0,053-0,002 mm)	530 ± 5	500 ± 19	480 ± 15	330 ± 54	340 ± 2	260 ± 8
Argila (< 0,002 mm)	410 ± 10	440 ± 19	450 ± 10	620 ± 53	630 ± 13	690 ± 12
----- LAw -----						
Areia grossa (2,000-0,210 mm)	208 ± 55	189 ± 70	160 ± 29	50 ± 12	47 ± 13	74 ± 12
Areia fina (0,210-0,053 mm)	208 ± 45	172 ± 22	120 ± 7	80 ± 4	83 ± 6	90 ± 9
Silte (0,053-0,002 mm)	350 ± 22	306 ± 66	282 ± 30	260 ± 22	260 ± 41	360 ± 12
Argila (< 0,002 mm)	240 ± 78	348 ± 24	410 ± 66	600 ± 38	600 ± 60	470 ± 33

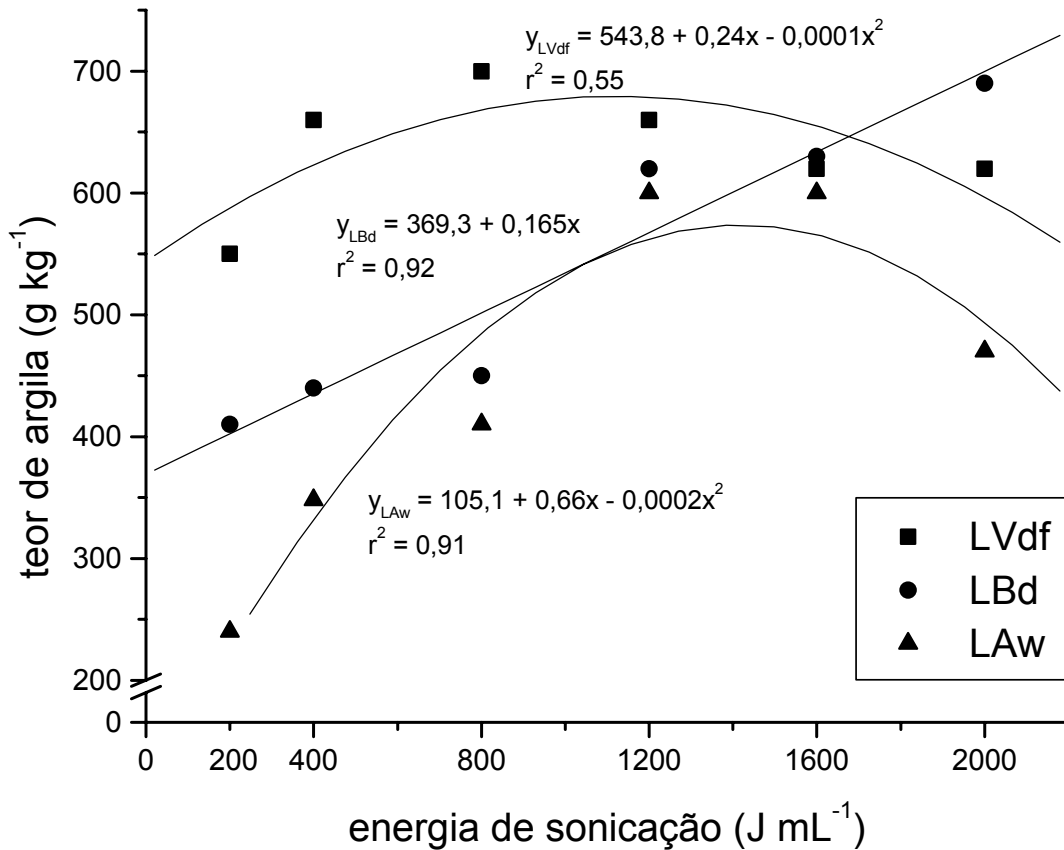


FIGURA 5 – Relação entre os teores da fração tamanho argila obtidos em diferentes níveis de energia de sonicação nos solos LVdf, LBd e LAw.

Considerando-se que a maior recuperação da fração argila é o indicador de máxima dispersão do solo (Christensen, 1985, 2000), infere-se que no solo LVdf esta situação foi obtida na energia de 800 J mL⁻¹. A partir deste nível, a dispersão não aumentou com o aumento da energia de sonicação (Tabela 3 e Figuras 5 e 6).

No solo LBd, a menor recuperação das frações tamanho areia grossa e fina (20 g kg⁻¹), ocorreu nas energias de 1600 e 2000 J mL⁻¹, e a maior (40 g kg⁻¹), entre as energias de 200 e 1200 J mL⁻¹. Na fração silte a maior recuperação (530 g kg⁻¹) ocorreu na energia de 200 J mL⁻¹, e a menor (260 g kg⁻¹) sob a energia de 2000 J mL⁻¹. Na fração argila, a maior recuperação (690 g kg⁻¹) ocorreu quando se aplicou 2000 J mL⁻¹ e a menor (410 g kg⁻¹) quando usou-se 200 J mL⁻¹.

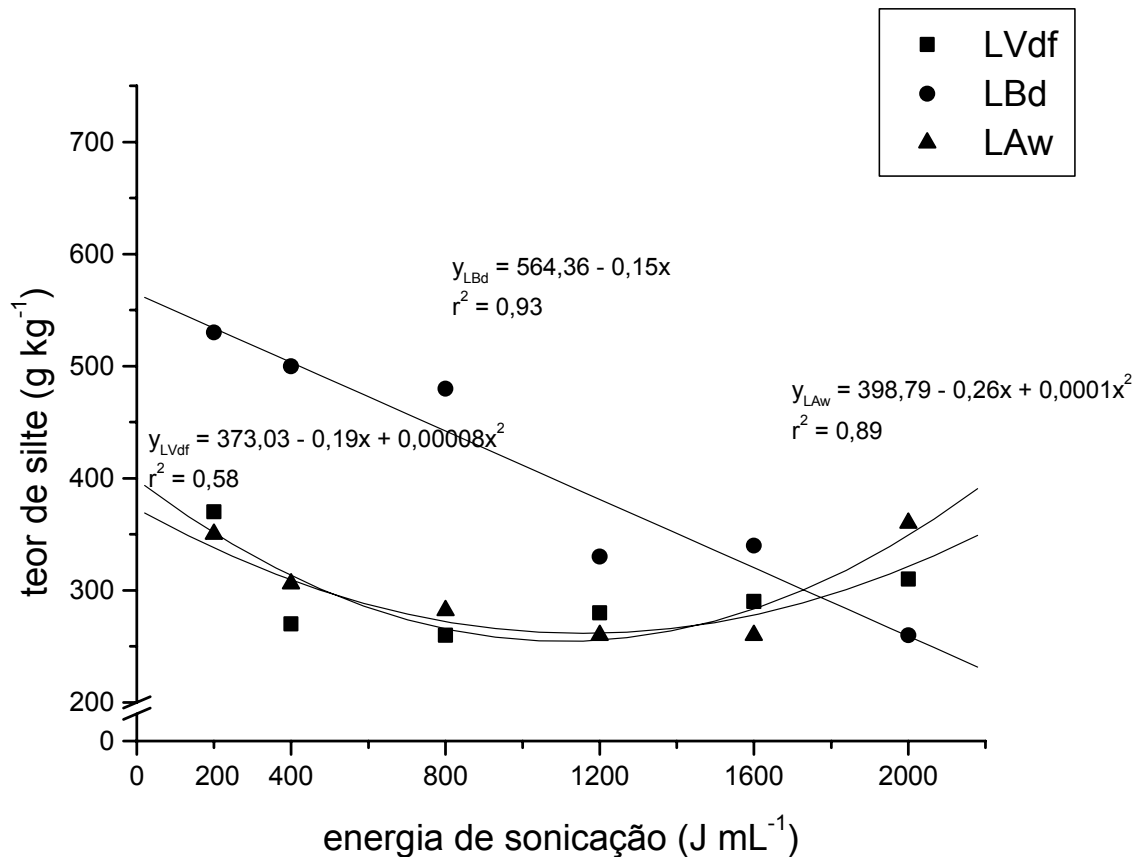


FIGURA 6 – Relação entre os teores da fração tamanho silte obtidos em diferentes níveis de energia de sonicação nos solos LVdf, LBd e LAw.

Quando se compara o comportamento observado para os solos LVdf e LBd, observa-se que o efeito do aumento da energia de sonicação diferiu entre estes solos. No solo LVdf atingiu-se um máximo no teor de argila ao redor de 800 J mL⁻¹ (Figura 5), e no solo LBd o teor de argila aumentou continuamente com o aumento da energia de sonicação, onde a energia de 2000 J mL⁻¹ não foi suficiente para a estabilização dos valores crescentes na recuperação da fração tamanho argila (Figura 5).

No solo LAw, a recuperação das frações areia grossa e fina foi maior na energia de 200 J mL⁻¹, com relativa estabilização em menores valores entre 1200 e 2000 J mL⁻¹. Na fração silte, menor recuperação ocorreu entre 800 e 1600 J mL⁻¹ e maior recuperação em 200 e 2000 J mL⁻¹. Na fração argila a

maior recuperação ocorreu nas energias 1200 e 1600 J mL⁻¹ (600 g kg⁻¹) e a menor recuperação ocorreu em 200 J mL⁻¹ (240 g kg⁻¹).

Neste solo, verificou-se maior proporção da fração tamanho areia, que foi mais resistente à dispersão nos níveis de energia mais baixos de sonicação empregados que nos demais solos. Estes resultados sugerem a existência de agregados de argila cimentados por óxidos de alumínio comportando-se como areia (pseudo-areia) o que também já foi verificado em outros latossolos submetidos à dispersão química (Carvalho Junior, 2000; Donagemma, 2000).

A recuperação da fração tamanho argila estabilizou-se entre duas energias (1200 e 1600 J mL⁻¹), sendo que a opção por qualquer uma delas, ou mesmo por uma energia intermediária (1400 J mL⁻¹) pode ser considerada como adequada para a máxima dispersão deste solo.

Comparando-se os solos, constatou-se que ocorreu uma variação na distribuição do tamanho de partículas para uma mesma energia entre os solos e para diferentes energias em um mesmo solo. Isto indica que, a calibração prévia da energia de sonicação a ser aplicada para cada solo é essencial para a determinação da energia adequada a ser utilizada para a máxima dispersão.

A energia máxima de dispersão foi considerada para fins de discussão e para posterior fracionamento químico, como sendo aquela em que se obteve o maior teor de argila. Estes valores foram de 800 J mL⁻¹, 1400 e 2000 J mL⁻¹, para os solos LVdf, LAw e LBd, respectivamente. Os diferentes valores de energia máxima obtidos para os três solos, sugerem que a resistência à dispersão por sonicação depende de características específicas de cada solo.

Os solos estudados apresentaram valores de pH_{H2O} e pH_{KCl} semelhantes (Tabela 4). Os solos LVdf e LBd são mais oxídicos (101 e 95 g kg⁻¹ de Fe_d) que o solo LAw (33 g kg⁻¹ de Fe_d). Todos os solos apresentaram caulinita na fração argila, sendo que no solo LVdf a hematita foi o óxido de ferro predominante, e nos solos LBd e LAw a goethita foi o óxido de ferro predominante, sendo que neste último temos elevadas quantidades de gibbsita compondo esta fração (Tabela 4).

O solo LBd, que apresentou o maior valor de energia para dispersão máxima, apresenta teor de Fe_d semelhante ao do LVdf, cuja energia de dispersão máxima foi de 800 J mL^{-1} . No entanto, o tipo de óxido de ferro dominante é diferente nas duas amostras (Tabela 4). Estes resultados sugerem que a goethita pode estabelecer interações mais fortes com a matéria orgânica do que a hematita, necessitando o solo LBd de uma energia mais elevada para a máxima dispersão.

TABELA 4 – Atributos químicos, mineralógicos e texturais dos solos estudados.

Parâmetros Analisados	SOLO		
	LVdf	LBd	LAW
pH_{H_2O} ¹	4,8	4,7	4,8
pH_{KCl} ¹	4,0	4,0	4,2
Fe_d ¹ ($mg \text{ g}^{-1}$)	101	95	33
Mineralogia da fração argila ¹	Kt, Gt, Hm	Kt, Gt	Kt, Gb, Gt
Gt/(Gt + Hm)	0,12	1,00	1,00
Silte Químico ¹ ($g \text{ kg}^{-1}$)	270	415	202
Argila Químico ¹ ($g \text{ kg}^{-1}$)	625	524	633
Silte Sonicação ($g \text{ kg}^{-1}$)	260 ²	260 ³	260 ⁴
Argila sonicação ($g \text{ kg}^{-1}$)	700 ²	690 ³	600 ⁴

¹Gonçalves, 2002; ²sonicada com 800 J mL^{-1} ; ³sonicada com 2000 J mL^{-1} ; ⁴sonicada com 1200 J mL^{-1} ; Kt = caulinita; Gt = goethita; Hm = hematita; Gb = gibbsita.

Segundo Fontes (1990), o principal e mais forte mecanismo de interação da matéria orgânica com os óxidos é a ligação por coordenação, na qual grupos funcionais da MOS, principalmente os ácidos carboxílicos, interagem diretamente com os átomos de ferro e alumínio da superfície dos óxidos através de reações de coordenação. Os resultados do presente estudo sugerem que estas ligações são mais fortes na interação MOS-goethita que na interação MOS-hematita.

O solo LAW, cuja energia de dispersão máxima foi intermediária, apresenta teor de Fe_d inferior aos demais solos, porém, no que se refere aos

óxidos de ferro ele é goethítico. Comparando-se com o LVdf, o caráter goethítico do LAw poderia estar lhe conferindo uma maior resistência à dispersão do que o LVdf (hematítico). Neste caso, a contribuição da mineralogia estaria se sobrepondo à contribuição do teor de Fe_d para a resistência à dispersão.

Comparando-se o comportamento do LAw com o do LBd, ambos goethíticos (Tabela 4), o menor teor de Fe_d do LAw pode ser o fator responsável pela menor energia de dispersão deste solo.

Confrontando-se os resultados obtidos na dispersão do solo através do uso de ultra-som e o método químico tradicional (EMBRAPA, 1997), obteve-se teor de argila de 700 g kg^{-1} , 690 g kg^{-1} e 600 g kg^{-1} , respectivamente para os solos LVdf, LBd e LAw, quando estes foram submetidos a sonicação. Quando foi empregado o método químico, estes valores foram de 625 g kg^{-1} , 524 g kg^{-1} e 633 g kg^{-1} , respectivamente (Tabela 4).

Apenas o solo LAw apresentou resultados semelhantes entre o método químico tradicional e a sonicação, enquanto para o solo LVdf e LBd o teor da fração argila recuperada, que é o indicador adotado para medir-se a máxima dispersão do solo, foi superior no método de sonicação. Este resultado é um forte indicativo de que, o método químico utilizado rotineiramente para a quantificação granulométrica do solo, subestima o conteúdo das frações mais finas em solos de mais forte agregação. Este comportamento frente ao método químico tradicional foi verificado anteriormente por outros autores (Ferreira et al., 1999; Carvalho Júnior, 2000; Donagemma, 2000; Klamt e Van Reeuwijk, 2000; Gonçalves, 2002).

Os resultados obtidos presentemente são concordantes com Gregorich et al. (1988) e Christensen (1992, 2000), que constataram ocorrer um maior incremento das frações mais finas com o aumento no nível de energia de sonicação, e uma conseqüente diminuição no teor de frações mais grosseiras. Estes autores também observaram variações em relação à máxima dispersão em virtude das características dos solos. Cabe ressaltar que, a excessiva dispersão pode causar a ruptura de complexos organominerais e uma redistribuição da matéria orgânica do solo entre os diversos tamanhos de frações. Contudo, uma incompleta dispersão poderá produzir partículas de

tamanhos maiores, contendo uma desconhecida mistura de complexos organominerais primários e secundários (Christensen, 1992), o que dificulta sobremaneira a interpretação dos resultados.

Segundo dados de Schmidt et al. (1999) em solos da Europa Central, a utilização de energias crescentes de 30 a 590 J mL⁻¹ aplicada em três horizontes A, resultou em um contínuo decréscimo dos teores das frações areia e silte grosso, e concomitantemente, um incremento na fração argila. Nesta faixa de energia, o aumento na desintegração de agregados em partículas menores atingiu um máximo entre 450 e 500 J mL⁻¹ indicando ter ocorrido neste nível à completa dispersão para os solos analisados. Estes autores concluíram que a aplicação de 450-500 J mL⁻¹ de energia ultra-sônica foi suficiente para a completa dispersão de amostras de vários solos de diferentes horizontes pedogenéticos.

Níveis de energia na faixa de 100-1500 J mL⁻¹ foram utilizados por Gregorich et al. (1988) em solos do Canadá, para determinação do grau de dispersão. Segundo estes autores uma energia de 500 J mL⁻¹ ou mais, foi comparativamente mais efetiva do que usar solução de 20% de peróxido de hidrogênio por 16 horas de agitação na dispersão de microagregados de tamanho areia. Neste trabalho, o maior rompimento de agregados tamanho areia ocorreu entre energias de 300 e 500 J mL⁻¹. Christensen (1985) observou que uma energia de aproximadamente 1600 J mL⁻¹ na suspensão foi suficiente para causar a completa dispersão de partículas primárias. Estes trabalhos demonstram que a energia ótima para dispersão total difere para os solos, sendo necessário, a calibração desta energia específica para cada solo a ser fisicamente fracionado.

A relação solo/água da suspensão também é um fator importante na dispersão do solo. A relação solo/água preferível está na faixa de 1:5 e 1:10 (Christensen, 1992). Baldock et al. (1990) encontraram máxima dispersão do solo utilizando 20 g de solo e 58 mL de água (relação de 1:2,5), utilizando uma energia de 650 J mL⁻¹. Já Anderson et al. (1981), utilizando-se de uma relação solo/água de 1:10, obtiveram dispersão máxima com uma energia de 695 J mL⁻¹. Muitos autores (Edwards & Bremner, 1967; Genrich & Bremner, 1972; Hinds & Lowe, 1980), citados por Christensen (1992), utilizaram níveis de energia

acima de 2000 J mL^{-1} e atingiram a máxima dispersão do solo, porém ocorreram variações em relação ao tempo de vibração, quantidade de solo utilizado, volume da suspensão e taxa de suprimento de energia em W. Watson & Parsons (1974) utilizaram uma energia ultra-sônica de 5350 J mL^{-1} por um período de 20 minutos, encontrando a máxima dispersão para alguns dos solos estudados.

A completa dispersão do solo é essencial, para o isolamento de complexos organominerais primários. Os tamanhos de partículas separados em consequência de uma dispersão parcial consistirão uma desconhecida mistura de complexos organominerais primários e secundários de mesmo tamanho, mas pertencendo originalmente a diferentes classes (Christensen, 2000).

4.3 Distribuição do carbono orgânico nas frações granulométricas separadas em diferentes níveis de energia de sonicação.

Em geral, a concentração de carbono orgânico nas quatro frações granulométricas analisadas variou em função dos diferentes níveis de energias de sonicação empregados nos três Latossolos.(Tabela 5).

Em ambas frações tamanho areia, ocorreu, de modo geral, uma diminuição do teor de carbono com o aumento da energia de sonicação nos três solos (Tabela 5). A fração silte, por ser uma fração granulométrica intermediária entre areia e argila, não apresentou uma variação consistente em função da energia de sonicação. Na fração argila, o teor de carbono tende a aumentar com o aumento da energia de sonicação, estabilizando-se a partir de 800 J mL^{-1} para todos os solos (Tabela 5). Este nível de energia corresponde à dispersão máxima apenas para o solo LVdf (Tabela 3), enquanto que para os solos LAw e LBd esta situação foi obtida em 1200 e 2000 J mL^{-1} , respectivamente. Estes resultados avaliados conjuntamente indicam que o aumento da energia de sonicação a partir de 800 J mL^{-1} provocou aumento da desagregação do solo, sem, no entanto, acarretar redistribuição acentuada do carbono na fração argila. Comportamento semelhante foi verificado por

Christensen (1992), onde o aumento da energia de sonicação de 450 J mL^{-1} a 1600 J mL^{-1} aumentou a dispersão do solo.

TABELA 5 - Distribuição do teor de carbono orgânico (g kg^{-1}) nas frações granulométricas em função da energia de sonicação aplicada (J mL^{-1}) nos solos LVdf, LBd e LAw.

Fração	Energia de sonicação (J mL^{-1})					
	200	400	800	1200	1600	2000
----- C g kg^{-1} -----						
----- Solo LVdf -----						
Areia grossa	6	7	5	5	6	3
Areia fina	8	6	4	3	4	5
Silte	20	20	15	16	14	18
Argila	21	23	23	24	21	24
----- Solo LBd -----						
Areia grossa	14	14	18	12	8	9
Areia fina	18	15	15	8	10	6
Silte	27	27	20	26	33	24
Argila	36	38	41	40	39	39
----- Solo LAw -----						
Areia grossa	22	17	23	12	11	3
Areia fina	19	16	20	8	9	10
Silte	30	32	36	36	34	30
Argila	20	21	27	23	22	17

Nos solos LVdf e LBd o teor de carbono na fração tamanho argila foi sempre superior ao teor observado na fração tamanho silte para todos os níveis de energia (Tabela 5), corroborando com os resultados de Christensen (1992), que verificou que a concentração de carbono geralmente aumenta na ordem areia < silte < argila. Resultados semelhantes foram também obtidos por

Guggenberger & Zech (1999). Este comportamento está relacionado com a elevada área superficial de partículas de argila que proporcionam maior interação de superfície com a MOS, como também ao tamanho coloidal dos compostos orgânicos.

No solo LAw, ocorreu um comportamento inverso, sendo que o teor de carbono na fração silte foi sempre superior ao observado na fração argila. Este comportamento talvez possa ser atribuído a mineralogia deste solo, que se diferencia dos demais por apresentar gibbsita em sua composição, que poderia estar formando microagregados de argila tamanho silte (pseudo-silte) contendo carbono, os quais resistiram a sonicação. Microagregados tamanho areia (pseudo-areia) e tamanho silte (pseudo-silte) já foram anteriormente observados em latossolos (Moura Filho & Buol, 1976; Ferreira et al., 1999; Carvalho Junior, 2000; Donagemma, 2000).

Guggenberger & Zech (1999) encontraram uma concentração de carbono relativamente alta na fração areia e silte em um solo da Costa Rica, o que atribuíram a uma incompleta dispersão do solo. Por outro lado, teores mais elevados de carbono na fração silte foram observados em Oxisols e Mollisols (Watson & Parsons, 1974; Bonde et al., 1992). A hipótese de formação de microagregados na fração silte do solo LAw poderá ser averiguada posteriormente através de análise de microscopia eletrônica e ou de extrações químicas seletivas de MOS, seguida de análise granulométrica.

A variação do teor de carbono nas frações granulométricas em função do nível de energia de sonicação aplicado (Tabela 5), mostra que o grau de desagregação alcançado durante a dispersão da amostra afeta os resultados de distribuição da MOS. Conseqüentemente, em estudos que envolvem fracionamento físico da MOS é necessário o emprego da energia de dispersão adequada para obtenção da dispersão máxima. Vários estudos baseados em uma limitada dispersão do solo tem demonstrado significativa acumulação da MOS no tamanho de fração areia e silte (Kyuma et al., 1969; Hamblin, 1977; Cameron & Pasner, 1979; Young & Spycher, 1979; Tsutuski & Kuwatsuka, 1989; Gonçalves, 2002).

A avaliação do índice de recuperação da massa inicial da amostra permite verificar a qualidade do procedimento experimental adotado. Neste

sentido, observa-se que a recuperação da massa de solo encontrada para os três solos nas diversas energias empregadas (Tabela 6), foi superior a 96%, indicando que não ocorreram perdas significativas de massa das amostras durante o fracionamento físico.

TABELA 6 - Recuperação da massa inicial de solo (%) e da massa inicial do carbono orgânico (%), após o fracionamento físico dos solos.

Energia de sonicação (J mL ⁻¹)	Solo		
	LVdf	LBd	LAw
----- Recuperação do solo (%) -----			
200	99	100	101
400	101	100	102
800	100	100	98
1200	100	100	100
1600	96	100	100
2000	99	100	100
----- Recuperação do carbono orgânico (%) -----			
200	85	85	94
400	92	89	91
800	89	84	107
1200	88	97	80
1600	85	104	91
2000	91	95	87

A recuperação de carbono orgânico variou de 80 a 100% para os três solos estudados nos diversos níveis de energia de sonicação aplicados. No entanto, os resultados encontrados não apresentam consistência com a variação do nível de energia. Estes resultados indicam que não ocorreram perdas relevantes de carbono durante o procedimento experimental.

4.3.1 Distribuição e razão E_4/E_6 das substâncias húmicas nas frações silte e argila obtidas na máxima dispersão

Nos solos LVdf e LBd, o teor de substâncias húmicas é semelhante nas frações silte e argila (Tabela 7), enquanto que no solo LAw a fração silte apresenta maior teor de ácidos húmicos e fúlvicos.

TABELA 7 - Distribuição do carbono e das substâncias húmicas solúveis (SH's) nas frações argila e silte e solo inteiro e proporção das SH's em relação ao carbono nos solos estudados e no solo inteiro.

Fração	Distribuição do carbono		
	C_t (g kg ⁻¹)	C_{SH} (g kg ⁻¹)	C_{SH}/C_t (%)
----- Solo LVdf -----			
Argila ¹	23,2	13,9	60
Silte ¹	15,4	15,0	97
Solo inteiro ²	26,1	7,4	28
----- Solo LBd -----			
Argila ³	38,8	5,3	13
Silte ³	23,7	4,6	19
Solo inteiro ²	37,5	14,0	37
----- Solo LAw -----			
Argila ⁴	22,6	10,9	48
Silte ⁴	21,7	16,6	76
Solo inteiro ²	29,7	6,4	22

¹fração obtida na energia de 800 J mL⁻¹; ²Dick, n.p. ; ³Fração obtida na energia de 2000 J mL⁻¹; ⁴fração obtida na energia de 1200 J mL⁻¹; C_t = carbono total; C_{SHs} = carbono substância húmica solúvel

A proporção da fração das SH's em relação ao carbono total (C_t) foi mais elevada nos solos LVdf e LAw, enquanto que o solo LBd apresentou razão $C_{SHs}/C_t \leq 0,19$. Comparando-se as duas frações granulométricas, observa-se que esta razão é sempre inferior na fração argila dos três solos. Considerando-se que razão C_{SHs}/C_t é inversamente proporcional à proporção

de humina na amostra (C_{HU}/C_t), infere-se que o solo LBd apresenta maior proporção de humina do que os outros solos e que a fração argila é a fração granulométrica mais rica nesta fração húmica. Estes resultados podem sugerir que a interação MOS-mineral é mais acentuada na fração argila no solo LBd. A fração humina é formada tanto por compostos orgânicos mais hidrofóbicos (insolúveis em solução de NaOH) como também por compostos orgânicos hidrofílicos de baixo peso molecular fortemente adsorvidos na fração mineral (Stevenson, 1994). No entanto, esta hipótese deve ser testada através de análises espectroscópicas destas frações.

Confrontando-se os valores obtidos nas frações granulométricas separadas por sonicação com os obtidos por Dick, (n.p.) no solo inteiro, constata-se que as frações silte e argila dos solos LVdf e LAw apresentam teor de C_{SHs} superior aos verificados no solo inteiro, como também razão C_{SHs}/C_t mais elevada (Tabela 7). Considerando-se que grande parte da MOS encontra-se nestas duas frações granulométricas, infere-se que o tratamento com sonicação provocou aumento de substâncias húmicas solúveis (ácidos húmicos e fúlvicos) no solo. Possivelmente a energia de ultra-som aplicada e/ou o tratamento com solução de NaI tenha afetado as ligações MOS-mineral, resultando num maior rendimento na extração com solução alcalina. Já no solo LBd o comportamento de razão C_{SHs}/C_t foi inverso, o que poderia ser devido a perdas de substâncias húmicas durante o processo de fracionamento físico.

Ainda que estas hipóteses não tenham sido testadas neste estudo, infere-se que o fracionamento físico afetou a proporção de substâncias húmicas nas frações dos solos estudados.

A razão E_4/E_6 correlaciona-se inversamente com o peso molecular e o grau de condensação de substâncias húmicas sendo, portanto, empregada também como um índice do grau de humificação (Chen et al., 1977; Stevenson, 1994).

Nos solos LVdf e LBd os valores de E_4/E_6 na fração argila foram inferiores no ácido húmico, indicando que esta fração húmica apresenta maior grau de condensação molecular do que o ácido fúlvico correspondente (Tabela 8). Este comportamento é usualmente observado entre AH e AF (Stevenson, 1994).

TABELA 8 - Razão E_4/E_6 obtida por UV-Visível no extrato de AH e AF nas frações argila e silte dos solos estudados.

Razão E_4/E_6 na fração	Solo		
	LVdf	LBd	LAW
	----- Argila -----		
AH	1,2	2,6	4,4
AF	2,6	5,1	2,9
	----- Silte -----		
AH	5,5	4,9	4,1
AF	4,4	4,9	2,7

Em oposição, na fração silte destes solos, os valores de E_4/E_6 foram semelhantes para os AH e AF, indicando semelhança de estrutura molecular nestas duas frações húmicas.

Comparando-se as duas frações granulométricas nos solos LVdf e LBd, infere-se que a fração silte tende a apresentar tanto AH como AF com menor peso molecular/grau de condensação do que a fração silte nos solos LVdf e LBd.

O solo LAW apresentou um comportamento anômalo em relação à razão E_4/E_6 , uma vez que no AH foi obtido um valor superior ao do AF correspondente, nas duas frações granulométricas. Estes resultados podem ser devido ao tratamento prévio com solução de NaI e ao fracionamento físico realizado.

Os valores obtidos para a razão E_4/E_6 no AH da fração argila dos solos LVdf e LBd e para o AF das duas frações nos três solos, estão fora do intervalo de valores usualmente observados para estas frações húmicas: 3,5 a 5,0 para o AH e 6,0 a 8,5 para o AF (Stevenson, 1994). Este resultado distinto também pode estar relacionado com o método de fracionamento físico empregado, limitando a comparação dos resultados deste trabalho com os de outros autores.

5 CONCLUSÕES

1 - A prévia separação da MOLL, é um procedimento importante no fracionamento físico da MOS para que não ocorra redistribuição desta fração entre as demais frações analisadas.

2 - O aumento da energia de sonicação provocou aumento do teor da fração argila, porém a redistribuição do carbono entre as frações granulométricas não foi observada.

3 - A energia de sonicação para a dispersão máxima foi específica para cada Latossolo estudado (800 J mL⁻¹ para o LVdf, 1200 J mL⁻¹ para o LAw e 2000 J mL⁻¹ para o LBd), demonstrando a necessidade de uma calibração prévia para cada tipo de solo, quando da utilização deste método de fracionamento físico.

4 - O fracionamento físico afetou a proporção e qualidade das substâncias húmicas fracionadas quimicamente inferidas pela razão E₄/E₆, nas frações silte e argila obtidas na dispersão máxima de cada solo.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDERSON, D. W.; SAGGAR, S.; BETTANY, J. R.; STEWAART, J. W. B. Particle size fractions and their use in studies of soil organic matter; in: The nature and distribution of forms of carbon, nitrogen, and sulfur. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 45, p.767–772, 1981.

ANDREUX, F. Humus in world soils. In: PICCOLO, A. (Ed.) **Humic substances in terrestrial ecosystems**. Amsterdam: Elsevier, 1996. p.45–100.

BALDOCK, J.A.; OADES, J.M.; VASSALLO, A.M. Solid state CP/MAS ¹³C N.M.R. analysis of particle size and density fractions of a soil incubated with uniformly labelled ¹³C-glucose. **Australian Journal Soil Research**, Melbourne, v.28, p.192-212, 1990.

BALDOCK, J. A.; SKJEMSTAD, J. O. Role of the soil matrix and minerals in protecting natural organic materials against biological attack. **Organic Geochemistry**, Oxford, v.31, p.697-710, 2000.

BAYER, C. **Dinâmica da matéria orgânica em sistemas de manejo de solos**. 1996. 241f. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1996.

BENNEMA, J.; CAMARGO, M.N. **Segundo esboço parcial de classificação de solos brasileiros**. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura, Divisão de Pedologia e Fertilidade do Solo, 1964. 17p.

BLOOM, P. R.; LEENHEER, J. A. Vibrational, eletronic, and high-energy spectroscopic methods for characterizing humic substances, in: HAYES, M. H. B. et al. (Eds.) **Humic substances II: In of structure**. New York: John Wiley, 1989. p.409-446.

BONDE, T. A.; CHRISTENSEN, B. T.; CERRI, C. C. Dynamic of soil organic matter as reflected by natural ¹³C abundance in particle size fractions of florested and cultivated oxisols. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 24, p.275-277, 1992.

BURKE, I. C.; YONKER, C. M.; PARTON, W. J.; COLE, C. V.; FLACH, K.; SCHIMMEL, D. S. Texture, climate and cultivation effects on soil organic matter content in U. S. grassland soil. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.53, p.800-805, 1989.

CAMARGO, O.A.; JACOMINE, P.K.T.; CARVALHO, A.P.; OLMOS, J.I.L. The Brazilian classification of Latosols. In: INTERNATIONAL SOIL CLASSIFICATION WORKSHOP: CLASSIFICATION, CHARACTERIZATION AND UTILIZATION OF OXISOLS, 8., Brazil, 1986. **Proceedings...** Rio de Janeiro : EMBRAPA : SMSS : AID : UPR, 1988. Part 1.p.190-199,

CAMERON, R. S.; POSNER, A. M. Mineralizable organic nitrogen in fractionated according to particle size. **Journal of Soil Science**, London, v.30, p.565-577, 1979.

CARVALHO JÚNIOR, I.A. **Influência da mineralogia e da matéria orgânica na agregação, cor e radiometria de solos altamente intemperizados de Minas Gerais**. 2000. 184 f. Tese (Doutorado - Solos e Nutrição de Plantas) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2000.

CHEN, S.; SENESI, N.; SCHNITZER, M. Information provided on humic substances by E₄/E₆ ration. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.41, p.352-358, 1977.

CHRISTENSEN, B. T. Carbon and nitrogen in particle size fractions isolated from Danish arable soils by ultrasonic dispersion and gravity-sedimentation. **Acta Agriculture Scand**, Oslo, v.35, p.175-187, 1985.

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

CHRISTENSEN, B.T. **Organic matter in soil** - structure, function and turnover. Copenhagen: University of Copenhagen, 2000. 95f. Ph.D.(Thesis) - Danish Institute of Agricultural Sciences, University of Copenhagen, Copenhagen, 2000.

DICK, D. P.; DICK, Y. P.; SILVA, DA L. F. Caracterização de produtos de decomposição de lodos orgânicos em diferentes tempos e meios de digestão. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.21, p.1-8, 1997.

DONAGEMMA, G.K. **Pré-tratamento na análise textural visando a minimização do pseudo-silte em Latossolos de Minas Gerais**. Viçosa: UFV, 2000. 89f. Dissertação (Mestrado - Solos e Nutrição de Plantas) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2000.

DUXBURY, J.M.; SMITH, M.S.; DORAN, J.M. Soil organic matter as a source and a sink of plant nutrients. In: COLEMAN, D.C.; OADES, J.M.; UEHARA, G. **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. Honolulu: University of Hawaii, 1989. Cap. 2.

EDWARDS, A. P.; BREMNER, J. M. Microagregates in soils. **Journal of Soil Science**, London, v.18, p.64-73, 1967.

ELLIOTT, E.T.; CAMBARDELLA, C.A. Physical separation of soil organic matter. **Agriculture Ecosystems Environments.**, Amsterdam, v.34, p.407-419, 1991.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de Métodos de Análise de Solo**. Rio de Janeiro, 1997.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. Brasília, 1999. 412p. il. (Documentos, 5).

FERREIRA, M.M.; FERNANDES, B.; CURI, N. Influência da mineralogia da fração argila nas propriedades físicas de Latossolos da região sudeste do Brasil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.23, p.515-523, 1999.

FONTES, M. P. F. **Iron oxide mineralogy in some brazilian oxisols**. Raleigh: North Carolina State University, 1988. 175f. Tese (PHD) – North Caroline State University, Raleigh, 1988.

FONTES, M. R. **Interactions of goethite and humic acid in some oxisols from Brazil**. Raleigh: North Carolina State University, 1990. 75f. Tese (Doutorado) - North Caroline State University, Raleigh, 1990.

FONTES, M.P.F.; WEED, S.B. Iron oxides in selected brazilian oxisols: I. Mineralogy. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, v.55, p.1143-1149, 1991.

GENRICH, D.A.; BREMNER, J.M. A reevaluation of the ultrasonic-vibration method of dispersing soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison (Wis), v.36, p.944-947, 1972.

GONÇALVES, C. N. **Caracterização da matéria orgânica de Latossolos brasileiros sob vegetação nativa**. 2002. 107f. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

GREENLAND, D.J. Interaction between clays and organic compounds in soils. Part I. Mechanisms of interaction between clays and defined organic compounds. **Soils Fertilit**, Wallingford (UK), v. 28, p.415-425, 1965.

GREENLAND, D.J. Changes in the nitrogen status and physical condition of soils under pastures, with special reference to the maintenance of the fertility of Australian soils used for growing wheat. **Soils Fertilit**, Wallingford (UK), v.34, p.237-251, 1971.

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

GUGGENBERGER, G.; ZECH, W. Soil organic matter composition under primary forest, pasture, and secondary forest succession, Región Huertar Norte, Costa Rica. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v.124, p.93-104, 1999.

HAMBLIN, A. P.; GREENLAND, D. J. Effects of organic constituents and complexed metal ions on aggregate stability of some East Anglian soils. **Journal of Soil Science**, London, v.28, p.410-416, 1977.

HAYES, M. H. B. Extraction of humic substances from soil. In: AIKEN, G. R.; McKNIGHT, D. M.; WERSHAW, R. L.; MacCARTHY, P. (Eds.) **Humic substances in soil, sediment, and water**. New York: J. Wiley, 1985. p.329-362.

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

HSU, P. H. Aluminum oxides and oxyhydroxides. In: DIXON, J. B.; WEED, S. B. (eds.). **Minerals in soil environments**. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, p.331-378, 1989.

INDA JUNIOR, A.V. **Caracterização de goethita e hematita em solos poligenéticos**. 2002. 139f. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis: Advanced course**. 2nd Ed. Madison: Department of Soil Science of University of Wisconsin, 1956. 894p.

JACKSON, M.L. **Soil chemical analysis: Advanced course**. 2.ed. Madison: Wisconsin University, 1965. 991p.

JANZEN, H.H.; CAMPBELL, C.A.; BRANDT, S.A.; LAFOND, G.P. & TOWNLEY-SMITH, L. Light-fraction organic matter in soils from long-term crop rotations. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, v.56, p.1799-1806, 1992.

KÄMPF, N.; SCHWERTMANN, U. Goethite and hematite in a climosequence in Southern Brazil and their application in classification of kaolinitic soils. **Geoderma**, Amsterdam, v.29, p.27-39, 1983.

KAMPF, N.; O ferro no solo. In: REUNIÃO SOBRE FERRO EM SOLOS INUNDADOS, Goiânia, 1988. **Anais...** Goiânia: EMBRAPA/CNPAF, 1988. p. 35-71.

KER, J. C. **Mineralogia, sorção e dessorção de fosfato, magnetização e elementos traços de latossolos do Brasil**. Viçosa, MG: UFV, 1995. 181f. Tese (Doutorado - Solos e Nutrição de Plantas) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 1995.

KLAMT, E.; VAN REEUWIJK, L.P. Evaluation of morphological, physical and chemical characteristics of Ferralsols and related soils. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.24, p.573-587, 2000.

KYUMA, K.; HUSSAIN, A.; KAWAGUCHI, K. The nature of organic matter in soil organo-mineral complexes. **Soil Science Plant Nutrition**, Tokio, v.15, p.149-155, 1969.

LADD, J.N., FOSTER, R.C., SKJEMSTAD, J.O. Soil structure: carbon and nitrogen metabolism. **Geoderma**, Amsterdam, v.56, p.401-434, 1993.

MACEDO, J. **Morphology, mineralogy, and genesis of a hydrosequence of oxisols in Brazil**. Cornell: Cornell University, 1986. 73f. Thesis (Master of Science) - Cornell University, Cornell, 1986.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA. Departamento Nacional de Pesquisa Agropecuária. **Levantamento de reconhecimento dos solos do estado do Rio Grande do Sul**. Recife, 1973. 431p. (MA/DPP-SA/DRNR-IN CRA, Boletim, 30).

MORRA, M.J.; BLANK, R. R.; FREEBORN, L. L.; SHAFII, B. Size fractionation of soil organo-mineral complexes using ultrasonic dispersion. **Soil Science**, Baltimore, v.152, p.294-303, 1991.

MOURA FILHO, W.; BUOL, S. W. Studies of a Latosol Roxo (Eutruxox) in Brazil, Clay Mineralogy. **Experientiae**, Viçosa, v.13, p.218-234, 1972.

MOURA FILHO, W.; BUOL, S.W. Studies of a Latosol Roxo (Eutruxox) in Brazil: micromorphology effect on ion release. **Experientiae**, Viçosa, MG, v.21, n.8, p.161-177, 1976.

NORTH, P.F. Towards an absolute measurement of soil structural stability using ultrasound. **Journal of Soil Science**, Ottawa, v.27, p.451-459, 1976.

OADES, J. M. The nature and distribution of iron compounds in soils. **Soils Fertilit**, Wallingford (UK), v.26, p.69-80, 1963.

OADES, J.M. An introduction to organic matter in mineral soils. In: DIXON, J.B.; WEED, S.B. (eds). **Minerals in soil environments** 2^a ed. Madison: Soil Science Society of American, 1989. p.89-160.

OLIVEIRA, J.B.; JACOMINE, P.K.T.; CAMARGO, M.N. **Classes gerais de solos do Brasil: guia auxiliar para seu reconhecimento**. Jaboticabal: FUNEP, 1992. 201p.

PARSONS, J. W. Isolation of humic substances from soils and sediments. In: FRIMMEL, F. L.; CHRISTMAN, R. F. (Eds.) **Humic substances and their role in the environment**. New York: J. Wiley, 1988. p.2-14.

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

RAINE, S.R.; SO, H.B. Ultrasonic dispersion of soil in water: the effect of suspension properties on energy dissipation and soil dispersion. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.32, p.1157-1174, 1994.

RESENDE, M. **Mineralogy, chemistry, morphology and geomorphology of some soils of the central Plateau of Brazil**. West Lafayette: Purdue University, 1976. 237f. Tese (Ph.D.) - Purdue University, West Lafayette, 1976.

SHANG, C.; TIESSEN, H. Organic matter lability in a tropical oxisol: evidence from shifting cultivation, chemical oxidation, particle size, density, and magnetic fractionations. **Soil Science**, Baltimore, v.162, p.795-807, 1997.

SHANG, C.; TIESSEN, H. Organic matter stabilization in two semiarid tropical soils: size, density and magnetic separations. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, v.62, p.1247-1257, 1998.

SCHMIDT, M.W.I., KNICKER, H., HATCHER, P.G.; KÖGEL-KNABNER, I. Improvement of ¹³C and ¹⁵N CPMAS NMR spectra of bulk soils, particle size fractions and organic material by treatment with 10% hydrofluoric acid. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v.48, p.319-328, 1997.

SCHMIDT, M.W.I., RUMPEL, C., KÖGEL-KNABNER, I. Particle size fractionation of soil containing coal and combustion particles. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v.50, p.512-522, 1999.

SCHNITZER, M. Soil organic matter—The next 75 years. **Soil Science**, Baltimore, v.151, p.41-58, 1991.

SCHWERTMANN, U. Inhibitory effect of soil organic matter on the crystallization of amorphous ferric hydroxide. **Nature**, London (UK), v.221, p.645-646, 1966.

SCHWERTMANN, U.; TAYLOR, R. M. Iron oxides. In: DIXON, J. B. ; WEED, S. B., **Minerals in soil environments** 2^a ed. Madison : Soil Science Society of American Journal, 1989. p.379-438,

SOLLINS, P.; HOMANN, P.; CALDWELL, B.A. Stabilization and destabilization of soil organic matter: mechanisms and controls. **Geoderma**, Amsterdam, v.74, p.65-105, 1996.

SOUZA, G. A. **Estudo comparativo de propriedades de Latossolos do Brasil**. 1979. 105f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1979.

STEVENSON, F. J. **Humus chemistry**: genesis, composition, reactions. New York : J. Wiley, 1982. 443p.

STEVENSON, F. J. **Cycles of soil**: carbon, nitrogen, phosphorus, s ulfur, micronutrients. New York : J. Wiley, 1986. 380p.

STEVENSON, F. J.; ELLIOTT, E. T. methodologies for assessing the quantity and quality of soil organic matter. In: COLEMAN, D. C.; OADES, J. M.; UEHARA, G. (Eds.) **Dinamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. Honolulu: University of Hawaii, 1989. p.173-199.

STEVENSON, F.J. **Humus chemistry**: Genesis, composition, reactions. 2. ed. New York : J. Wiley & Sons, 1994. 496p.

SWIFT, R. S. Fractionation of soil humic substances. In: AIKEN, G. R.; McKNIGHT, D. M.; WERSHAW, R. L.; MacCARTHY, P. (Eds.) **Humic substances in soil, sediment, and water**. New York: J. Wiley, 1985. p.397-408.

TEDESCO, M.J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A. et al. **An lises de solo, planta e outros materiais**. 2. ed. Porto Alegre: Departamento de Solos da UFRGS, 1995. 174p. (Boletim T ecnico, 5).

TSUTUSKI, K.; KUWATSUKA, S. Degration and stabilization of the humus in buried humic Ando soils. The **Science of the Total Environment**, Amsterdam, local, v.81/82, p.437-446, 1989.

TURCHENEK, L.W. ; OADES, J.M. Fractionation of organo-mineral complexes by sedimentation and density techniques. **Geoderma**, Amsterdam, v.21, p.311-343, 1979.

WATSON, J.R. Ultrasonic vibration as a method of soil dispersion. **Soils Fertility**, Wallingford (UK), v.34, p.127-134, 1971.

WATSON, J.R.; PARSONS, J.W. Studies of soil organo-mineral fractions. I. Isolation by ultrasonic dispersion. **Journal of Soil Science**, Ottawa, v.25, p.1-8, 1974.

YOUNG, J.L.; SPYCHER, G. Water-dispersible soil organic-mineral particles: I. Carbon and nitrogen distribution. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, v.43, p.324-328, 1979.