TEMPERATURA DE SECAGEM E ARMAZENAMENTO
DAS AMOSTRAS ÚMIDAS DE TERRA AFETANDO
OS TEORES DE MICRONUTRIENTES CATIÔNICOS

JUAREZ BARBOSA TOMÉ JUNIOR
Engenheiro Agrônomo

Orientador: Prof. Dr. Antonio Roque Dechen

Dissertação apresentada à
Escola Superior de Agricultura
"Luiz de Queiroz", da
Universidade de São Paulo,
para obtenção do título de
Mestre em Agronomia, Área de
concentração: Solos e Nutrição
de Plantas.

Piracicaba - SP
março de 1994

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Livros da
Divisão de Biblioteca e Documentação - PCLQ/USP

T656t Tomé Junior, Juarez Barbosa
Temperatura de secagem e armazenamento das amostras
úmidas de terra afetando os teores de micronutrientes
catiônicos. Piracicaba, 1994.
120p.

Diss. (Mestre) ESALQ
Bibliografia.

1. Micronutriente do solo - Alteração 2. Solo -
Amostra - Análise química 3. Solo - Amostra - Armaze
namento 4. Solo - Amostra - Efeito da temperatura I.
Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piraci
caba.

CDD 631.41

TEMPERATURA DE SECAGEM E ARMAZENAMENTO
DAS AMOSTRAS ÚMIDAS DE TERRA AFETANDO
OS TEORES DE MICRONUTRIENTES CATIÔNICOS

Juarez Barbosa Tomé Junior

Aprovada em 13 de setembro de 1994

Comissão julgadora:

Prof. Dr. ANTONIO ROQUE DECHEN	ESALQ/USP
Prof. Dr. SALATIER BUZETTI	UNESP/Ilha Solteira
Prof. Dr. QUIRINO AUGUSTO DE CAMARGO CARMELLO	ESALQ/USP

Prof. Dr. ANTONIO ROQUE DECHEN
Orientador

À minha esposa e filhos,

**Vitória,
Filipe e
Luisa**

DEDICO.

AGRADECIMENTOS

- Ao Prof. Dr. Antonio Roque Dechen, pela orientação e pela amizade.
- À Fundação Faculdade de Agronomia "Luiz Meneghel", pela oportunidade concedida.
- Aos professores envolvidos nas diversas disciplinas cursadas na ESALQ, pelos ensinamentos e apoio.
- Aos professores da FFALM, Maria Aparecida Valério e Francisco Carlos Maynardes da Silva, pela colaboração respectiva na análise estatística e descrição pedológica dos solos.
- Aos funcionários do Laboratório de Fertilidade da FFALM, Gilberto Demétrio e Orlando Thumaz.
- À funcionária da Seção de Nutrição Mineral de Plantas, laboratorista Lúcia Forti, pela realização das extrações e determinações de micronutrientes.
- À bibliotecária Eliana Maria Garcia Sabino, da Biblioteca Central da ESALQ, pelas correções nas referências bibliográficas.
- À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, do MEC, pela concessão de bolsa de estudos.

ÍNDICE

	Página
RESUMO	viii
SUMMARY	x
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	3
2.1. Recomendações sobre manejo das amostras	4
2.2. Alterações na matéria orgânica e biomassa ..	6
2.3. Alterações sobre outras determinações	
analíticas	12
2.3.1. pH	12
2.3.2. N disponível	13
2.3.3. P disponível	14
2.3.4. S disponível	15
2.3.5. K trocável	15
2.3.6. Outros cátions trocáveis (Ca, Mg e Al)...	16
2.3.7. Características físicas	16
2.4. Alterações na determinação de	
micronutrientes	17
2.4.1. Efeito da secagem	19

	Página
2.4.2. Efeito do armazenamento.....	27
2.4.3. Outros fatores de variabilidade	31
2.5. Visão agrônômica do problema	33
2.6. Considerações teóricas sobre os extratores empregados	37
3. MATERIAL E MÉTODOS	41
3.1. Unidades de solo amostradas	41
3.2. Amostragem e tratamento das amostras	41
3.3. Extração dos micronutrientes catiônicos	44
3.4. Teor de umidade inicial e remanescente	45
3.5. Delineamento experimental e análise de variância	46
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
4.1. Teores de umidade inicial e remanescente ...	49
4.2. Análise de variância	51
4.3. Efeito dos tratamentos sobre os teores extraídos	57
4.3.1. Cobre	57
4.3.2. Ferro	66
4.3.3. Manganês	76
4.3.4. Zinco	84
4.4. Discussão geral	92

5. CONCLUSÕES	95
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96
APÊNDICE	111

TEMPERATURA DE SECAGEM E ARMAZENAMENTO DAS AMOSTRAS ÚMIDAS DE TERRA AFETANDO OS TEORES DE MICRONUTRIENTS CATIÔNICOS

Autor: Juarez Barbosa Tomé Junior

Orientador: Prof. Dr. Antonio Roque Dechen

RESUMO

Este estudo objetivou avaliar a influência de diferentes pré-tratamentos das amostras de solo nos teores extraídos de micronutrientes catiônicos (Cu, Fe, Mn e Zn). Coletou-se amostras de 5 solos com características contrastantes e um primeiro grupo de subamostras foi seca imediatamente após a coleta, enquanto outro grupo de subamostras permaneceu armazenado com a umidade de campo por 7 dias antes de ser seco. As temperaturas de secagem foram: ao ar (temperatura ambiente) por 72 horas, em estufa a 40 °C por 48 horas e em estufa a 105 °C por 24 horas. Os micronutrientes foram extraídos com as soluções: HCl 0,1N, Mehlich 1 (H_2SO_4 0,025N + HCl 0,05N) e ácido dietilenotriaminopentacético (DTPA).

Verificou-se que tanto a temperatura de secagem quanto o armazenamento das amostras úmidas causaram alterações significativas nos teores extraídos dos 4 nutrientes, em todos os solos e extratores estudados. Em geral, o efeito das temperaturas mais elevadas foi o de aumentar os teores extraídos em relação à secagem ao ar, sendo que a proporção de aumento variou com o micronutriente,

solo e extrator, mas ocorreram casos de efeito inverso.

O armazenamento causou alterações variáveis, dependendo do micronutriente, do solo, do extrator e, provavelmente, relacionadas com o nível de umidade da amostra durante o período de armazenamento. Em alguns solos e extratores observou-se interação entre a temperatura de secagem e o armazenamento, ou seja, o efeito da temperatura foi diferente nas amostras armazenadas em relação àquelas que foram secas imediatamente e o efeito do armazenamento foi diferente conforme a temperatura de secagem.

Concluiu-se que resultados experimentais obtidos com um determinado procedimento de preparo das amostras não serão comparáveis, em termos agronômicos, com resultados obtidos quando forem utilizados procedimentos diferentes, o que prejudica o uso da análise química do solo como instrumento para a previsão da disponibilidade desses elementos para as plantas, sendo necessária uma urgente e rigorosa padronização de procedimentos, tanto na pesquisa quanto nas análises de rotina.

**DRYING TEMPERATURE AND STORAGE OF MOIST SAMPLES AFFECTING
THE AMOUNT OF CATIONIC MICRONUTRIENTS EXTRACTED FROM SOIL
SAMPLES.**

Author: Juarez Barbosa Tomé Junior

Adviser: Prof. Dr. Antonio Roque Dechen

SUMMARY

The subject of this study was to investigate the influence of different pretreatments of soil samples on the amount of extractable cationic micronutrients (Cu, Fe, Mn and Zn). Five different soils were sampled. Then, soon after sampling, the first group of sub-samples was air-dried (72 hours), oven-dried at 40 °C (48 hours), and oven-dried at 105 °C (24 hours). A second group of sub-samples was stored at field moist conditions for 7 days before the drying treatments. Micronutrients were extracted by 0.1N HCl, Mehlich-1 (0.025N H₂SO₄ + 0.05N HCl) and diethylenetriaminepentaacetic acid (DTPA) solutions.

Both treatments, drying-temperature and storage, caused significant changes in extractable Cu, Fe, Mn e Zn from all soils and extractant solutions. In most cases, the effect of higher temperatures was to increase levels of extractable micronutrients in relation to air-dried samples (the percentage increases differed with

elements, soils and extractants), but in some cases, an inverse effect was observed. The storage effect was erratic, depending upon elements, soils and extractants and probably related to sample moisture level during storage. In some soils and extractants, the temperature effect differed among storage samples, and storage effect depended upon drying-temperature.

The results led to the following conclusions: experimental determinations of the available micronutrients will not be comparable with results from routine analysis if different pretreatments of the samples were used. That fact prejudices the use of micronutrients soil tests in the forecast availability of these elements for plants. Hence, it is necessary to have a rigorous standardization of the sample preparation procedure.

1. INTRODUÇÃO:

Dada a importância dos micronutrientes como fatores de produtividade, grande esforço de pesquisa vem sendo aplicado na análise química do solo, na tentativa de se obter índices de disponibilidade que permitam prever o potencial do solo em supri-los às plantas.

Neste contexto, existem alguns problemas metodológicos a serem superados, problemas estes relacionados à complexidade e dinamismo das formas lábeis dos micronutrientes, ocorrência de teores baixos e que se aproximam dos limites de detecção dos aparelhos, contaminação por reagentes e equipamentos e ao pré-tratamento das amostras (RAIJ & BATAGLIA, 1991). Este último aspecto, embora há várias décadas seja reconhecido como fonte de variabilidade dos resultados (FUJIMOTO & SHERMAN, 1945), não tem recebido a atenção necessária, principalmente no Brasil, o que pode ser constatado pela ausência de estudos com os solos característicos do país.

Se o diferente manejo das amostras induz a alterações nos resultados analíticos, isto prejudica não só

a obtenção de índices que se correlacionem com o comportamento da planta, mas também dificulta ou impede a comparação entre pesquisas nas quais as amostras tenham recebido manejo diferente.

O objetivo geral do presente trabalho, portanto, é o levantamento de dados para verificar a magnitude das alterações na extração de micronutrientes catiônicos devido ao pré-tratamento das amostras de solo.

Os objetivos específicos são:

a) verificar o efeito da temperatura de secagem e do armazenamento das amostras sobre os teores extraídos;

b) verificar as alterações na extração de cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn) e zinco (Zn) por diferentes extratores em função do pré-tratamento;

c) verificar estas alterações em solos com características diferentes.

2. REVISÃO DE LITERATURA:

As porções de solo levadas ao laboratório para análise química normalmente são secas, moídas e peneiradas. Esses processos visam uniformizar tanto quanto possível o material para análise, já que as amostras são coletadas com diferentes teores de umidade, graus de estruturação e quantidades de resíduos biológicos (restos de plantas e animais). Após este preparo serão usadas soluções extratoras apropriadas para cada nutriente ou grupo deles, tentando-se com elas simular a ação das raízes das plantas cultivadas. Normalmente os extratores atuam sobre uma fração pequena e muito específica do total do nutriente que se encontra no solo, e sendo assim, quaisquer condições físico-químicas e biológicas diferentes daquelas normais nas condições de campo, podem induzir a grandes variações nos teores extraídos, prejudicando o uso desses teores como índices de fertilidade do solo, já que as condições, naquela porção de terra afastam-se daquelas a que estarão sujeitas as raízes das plantas.

Apesar do assunto específico deste trabalho ser a influência do pré-tratamento das amostras sobre a

extração dos micronutrientes, verificou-se pela revisão da literatura disponível, que as possíveis alterações na determinação desses elementos são originadas, principalmente, nas modificações em outras características da amostra, como por exemplo, a matéria orgânica. Assim, algumas considerações mais abrangentes tornam-se necessárias, antes da explanação referente aos micronutrientes.

2.1. Recomendações sobre o manejo das amostras:

Muitas das publicações referentes à análise química do solo não trazem referências específicas a este tópico (WALSH, 1971; WALSH & BEATON, 1973; REISENAUER, 1976; PAGE et al., 1982 e BULL & ROSOLEN, 1989). Outras publicações apenas recomendam a secagem das amostras ao ar, sem maiores especificações (GEDROITS, 1963; EMBRAPA, 1979; CHAPMAN & PRATT, 1973; CATANI & JACINTHO, 1975 e GOMEZ et al., 1986). Mais detalhes foram encontrados em DEWIS & FREITAS (1970), que recomendam a secagem ao ar ou em temperaturas não maiores que 40 °C, com ventilação. Também FERREIRA et al. (1990) indicam a secagem ao ar e à sombra ou em estufa com circulação de ar a 50 °C. Mesma indicação foi feita por MELLO et al. (1965).

Recomendações mais detalhadas foram encontradas em outras 3 publicações: JACKSON (1964) recomenda secar parcialmente ao ar (até que não estejam

pegajosas) a uma temperatura de 25 a 36 °C e U.R. (umidade relativa) de 20 a 60%. Não armazenar úmida para evitar mudanças nas formas iônicas e na matéria orgânica (M.O.). As determinações de Fe trocável, atividade de H (pH), K trocável, P extraído com ácidos e N (como NO_3^-) devem ser realizadas, segundo este autor, em amostras úmidas.

HESSE (1971) sugere a secagem em bandejas, em cabines com circulação de ar aquecido, com temperatura não superior a 35 °C e umidade relativa entre 30 e 70%. As alterações químicas que ocorrem seriam, em sua maioria, ocasionadas por alterações biológicas nas amostras. Recomenda que não se utilize o forno (temperaturas elevadas) e relata alterações nas determinações de C-orgânico, K, P, N, S, pH e Mn, as quais serão citadas no presente trabalho.

RAIJ et al. (1987) recomenda a secagem o mais rápido possível após a coleta da amostra para evitar os efeitos de transformações nas amostras úmidas. As determinações mais sujeitas a alterações seriam pH, N e S. A secagem deve ser feita ao ar, na sombra ou em estufa com circulação de ar forçada, com temperatura não maior que 40°C. Altas temperaturas ocasionam alterações nas determinações de P, K e S. Solos orgânicos e tiomórficos podem sofrer decréscimo no pH e aumento na acidez trocável se forem sujeitos à secagem prolongada, mesmo em baixas temperaturas.

Pode-se perceber, portanto, que nem sempre o assunto recebe a atenção necessária nas publicações especializadas. Quando é referido, parece ser consenso que, em primeiro lugar, as amostras não devem ser armazenadas úmidas e, em segundo, que a secagem não deve ser feita de maneira drástica, evitando-se temperaturas elevadas (superiores a 40 °C). É importante observar-se que, de forma geral, não se faz distinção entre a secagem ao ar e a secagem em estufa, embora para algumas determinações, entre elas os micronutrientes, ocorram diferenças entre estes dois processos.

2.2. Alterações na matéria orgânica e biomassa microbiana:

As modificações que ocorrem com a M.O. devido ao manejo das amostras são, em geral, responsáveis pela maioria das demais alterações observadas em outras determinações como o pH e teores disponíveis de N, P, S e micronutrientes (HESSE, 1971).

Entretanto, a determinação do teor de M.O. do solo é feita através do conteúdo de C-orgânico oxidável pelo dicromato (método Walkley-Black) e, assim, a análise somente detecta alterações muito drásticas que causem volatilização do CO₂ (quando o C-orgânico é oxidado pela alta temperatura) não sendo sensível a alterações na estrutura e nas proporções entre as diferentes formas da

matéria orgânica do solo.

Um exemplo disto foi o experimento conduzido por CHITOLINA et al. (1989), comparando o efeito de embalagens (caixas de papelão e sacos plásticos), armazenamento das amostras úmidas por diferentes períodos e secagem ao ar e em estufa a 60°C. Os resultados demonstraram não haver influência desses tratamentos sobre o teor determinado de M.O.. Por outro lado, temperaturas elevadas (acima de 100 °C) podem causar redução nesse teor (MOLLOY & LOCKMAN, 1979 e TOMÉ JUNIOR & DECHEN, 1992).

Apesar das pequenas variações quantitativas nos métodos tradicionais de secagem, ocorrem importantes modificações estruturais na M.O. quando a amostra é seca, tanto de forma natural como artificialmente, no laboratório. De acordo com RAVEH & AVNIMELECH (1978), as moléculas orgânicas do solo são agregadas devido a ligações, presumivelmente pontes de H, formadas na presença de água. Quando o solo é seco, esta estrutura é quebrada e a estabilidade da M.O. diminui. Com a secagem há, portanto, um aumento na solubilidade da M.O. e liberação de compostos com grupos ácidos, que são responsáveis pelo desenvolvimento de maior acidez nas amostras após a secagem e que servirão também como fonte de energia para novo surto de crescimento da microflora quando a amostra for reumedecida.

É importante observar que tais transformações

induzidas pela secagem continuam durante o tempo em que a amostra é armazenada seca, uma vez que a intensidade das alterações é proporcional ao tempo de armazenamento, como pode ser observado na Figura 1. Nesse experimento, a denitrificação foi usada como um índice da disponibilidade de C-orgânico para os microorganismos. Percebe-se que há um aumento desta disponibilidade pela secagem e durante o armazenamento da amostra seca.

Figura 1: Denitrificação, acidez do solo, carbono orgânico extraído com Na₂SO₄ (C-orgânico disperso) e carbono orgânico solúvel, como função da secagem a 105 °C e do armazenamento das amostras secas.

Fonte: RAVEN & AVNIMELECH (1978)

Para explicar a continuidade dos efeitos da secagem durante o período de armazenamento das amostras secas, BARTLETT & JAMES (1980) comparam a M.O. seca a uma tira de borracha esticada. Guardada sob tensão, a borracha se deteriora com o tempo; se relaxada (M.O. úmida) ela permanece normal por anos.

Comprova-se esse aumento na solubilidade da M.O. também pela formação de coloração amarelada ou âmbar nos extratos obtidos de amostras submetidas à secagem (BARTLETT & JAMES, 1980; PHILLIPS et al., 1986; HAYNES & SWIFT, 1991 e JONES & EDWARDS, 1993). Esta cor âmbar, algumas vezes visível a olho nu, pode ser quantificada colorimetricamente utilizando-se comprimentos de onda de 385 a 420 nm, o que permite comparar diferentes tratamentos quanto ao seu efeito na solubilização da M.O. (PHILLIPS et al., 1986). Quando se adiciona ao extrato um agente oxidante, como H_2O_2 ou bromo, a cor desaparece prontamente, o que demonstra ser ela proveniente da M.O. solubilizada.

O acréscimo na atividade microbiana que ocorre após o reumedecimento de amostras secas tem sido relatado em trabalhos bem antigos (LEBEDJANTZEV, 1924; STEVENSON, 1956; BIRCH, 1958 e SOULIDES & ALLISON, 1961) e comprovado por trabalhos mais recentes. O fenômeno está relacionado, em parte, com as alterações estruturais da M.O. contida na amostra, pois a clivagem das micelas orgânicas provavelmente reduz o efeito de obstáculo

espacial por expor novas superfícies com grupos disponíveis ao metabolismo microbiano (RAVEH & AVNIMELECH, 1978).

Com este fluxo de mineralização, ocorre liberação de diversos nutrientes ligados ao ciclo orgânico, como N, P, S e micronutrientes e, assim, a alternância de ciclos de secagem e reumedecimento, ocorrendo naturalmente durante o desenvolvimento da cultura, é um fator que influi diretamente na disponibilidade destes nutrientes, como já havia sido observado há bastante tempo por LEBEDJANTZEV (1924).

Entretanto, o efeito físico não pode ser considerado como o único responsável pelo fenômeno, já que diversos trabalhos têm mostrado que o novo fluxo de mineralização pode ser oriundo da biomassa microbiana morta pela dessecação. Com a secagem, muitos dos microrganismos presentes na amostra morrem e seus corpos servirão como substrato energético para os sobreviventes, quando a amostra for novamente reumedecida. Segundo SPARLING et al. (1985), a secagem ao ar reduziu em até 68% a biomassa microbiana da amostra, e em outros trabalhos, reduções mais ou menos drásticas foram relatadas (SOULIDES & ALLISON, 1961; MARUMOTO et al., 1982; SPARLING & ROSS, 1988; GESTEL et al., 1991). Acréscimos na disponibilidade de nitrogênio (N) e fósforo (P) são freqüentemente correlacionados com a redução na biomassa microbiana após secagem (MARUMOTO et al., 1982; SPARLING & ROSS, 1988; SEARLE & SPARLING, 1987;

SPARLING et al., 1985 e SPARLING et al., 1987).

Não há na literatura um consenso sobre qual o efeito predominante. Em certos casos, o efeito físico é considerado mais importante que a morte da biomassa microbiana (NEVO & HAGIN, 1966 e GESTEL et al., 1991), contradizendo os trabalhos referidos anteriormente, o que demonstra que o assunto é mais complexo do que parece à primeira vista. Talvez seja mais acertado considerar-se que a proporção de um ou de outro efeito no cômputo final vá depender da interação entre características físico-químicas do solo e a natureza de sua microbiota, conforme ficou demonstrado no trabalho de GESTEL et al. (1991), onde pode ser encontrada excelente revisão sobre o assunto.

Esses fenômenos com a biomassa têm grande relevância sobre a avaliação da disponibilidade de nutrientes em solos. No campo, a cada ciclo de secagem e reumedecimento, a microbiota do solo entrará numa nova "fase log", com a conseqüente influência na disponibilidade dos nutrientes, o que ajuda a entender as dificuldades inerentes ao estabelecimento de índices de fertilidade baseados em análises químicas, nas quais são usados procedimentos de extração com duração de alguns minutos e usados indistintamente para solos que apresentarão comportamentos muito diferentes.

Outro importante aspecto a ser questionado é

que esta maior atividade microbiana após o reumedecimento, com rápida oxidação dos compostos orgânicos recém-liberados, pode levar a uma anaerobiose temporária na amostra (BARTLETT & JAMES, 1980). A criação de um ambiente anaeróbico no solo modifica diversas de suas características (PONNAMPERUMA, 1972) e isto pode ser relevante tanto na extração de nutrientes (principalmente micronutrientes) quanto na utilização de amostras de solos em experimentos com vasos (em casa de vegetação), se tais amostras foram previamente secas e armazenadas. Enfim, este é um fator importante que deve ser considerado em estudos que utilizem a incubação de amostras de solos.

2.3. Alterações em outras determinações analíticas:

Como consequência, principalmente, das alterações na M.O. e biomassa microbiana, as diversas determinações que são feitas numa análise de solo de rotina podem ser alteradas. No presente trabalho, o enfoque será dado à extração de micronutrientes, razão pela qual serão apresentados apenas resumos das alterações com as respectivas citações, para serem consultados pelos interessados.

2.3.1. pH:

Os efeitos da secagem do solo sobre a determinação do pH são variáveis, dependendo

principalmente, do método de determinação do pH (se em água ou em soluções de KCl 1N ou CaCl_2 0,01M), da proporção solo:solução e do tipo de solo (GILLMAN & MURTHA, 1983; DAVEY & CONYERS, 1988; CHITOLINA et al., 1989; PAYNE & RECHCIGL, 1989; ROSS & BARTLETT, 1990 e TOMÉ JUNIOR & DECHEN, 1992). São relatados ora acréscimos, ora reduções no pH da amostra devido à secagem, quando comparada com a amostra úmida, mesmo considerando-se a diferença nos teores finais de umidade. Estas alterações são menores quando são utilizadas soluções salinas para a obtenção da suspensão solo:solução. O mais comum é a redução nos valores do pH da amostra, principalmente quando são utilizadas temperaturas maiores que a secagem ao ar.

2.3.2. N disponível:

A secagem das amostras tem pouca ou nenhuma influência na determinação de N total, a qual, entretanto, carece de significação agrônômica (GOH & HAYNES, 1986 e CANTARELLA, 1989). O importante é a determinação de N disponível e como esta é influenciada por microrganismos, todas as etapas do pré-tratamento que os afetam poderão influenciar os resultados. Existem influências do armazenamento com umidade (BREIMMER & SLANGEN, 1981 e ROSS & BARTLETT, 1990), da secagem (KEENEY & BREMNER, 1966; HESSE, 1971; MARUMOTO et al., 1982; GIANELLO & BREMNER, 1986; SPARLING & ROSS, 1988 e YANG et al., 1990) e do

armazenamento após secagem (KEENEY & BREMNER, 1966; NEVO & HAGIN, 1966 e HESSE, 1971). Como regra geral, ocorrem acréscimos na extração de N disponível com a secagem e com o tempo de armazenamento das amostras secas.

2.3.3. P disponível:

A secagem do solo sempre causa aumento no teor de P extraído em relação às amostras úmidas, sendo este aumento proporcional à severidade da secagem, ou seja, ao uso de temperaturas elevadas (DALAL, 1977; THIEN et al., 1978; MOLLOY & LOCKMAN, 1979; PAYNE & RECHCIGL, 1989 e TOMÉ JUNIOR & DECHEN, 1992). A magnitude das alterações não é constante entre solos diferentes, não correlacionável com características do solo (como granulometria, acidez, mineralogia) e são observadas em todos os extratores mais comumente utilizados, como Resina, Olsen e o Mehlich 1 (GILLIAN & RICHTER, 1985; HAYNES & SWIFT, 1985 e PAYNE & RECHCIGL, 1989). Algumas vezes há correlação desse acréscimo com o teor de M.O. do solo (GILLIAN & RICHTER, 1985 e PAYNE & RECHCIGL, 1989) e com a morte da biomassa microbiana pela dessecação (MARUMOTO et al., 1982; SPARLING et al., 1985; SPARLING et al., 1987 e SEARLE & SPARLING, 1987).

O armazenamento das amostras também é fonte de alterações na extração de P disponível (SEARLE & SPARLING, 1987 e GASHO et al., 1990). O efeito do

armazenamento das amostras antes da secagem foi relatado por CHITOLINA et al. (1989).

Ainda outro aspecto relacionado a esse nutriente é a alteração na capacidade de adsorção do íon fosfato quando o solo é seco (BARROW & SHAW, 1980; GILLMAN & MURTHA, 1983; HAYNES & SWIFT, 1985 e PHILLIPS et al., 1986), o que pode influenciar os resultados de estudos sobre a dinâmica deste nutriente no solo.

2.2.4. S disponível:

Quando as amostras de solo são secas ao ar, as alterações no teor de enxofre (S) disponível, geralmente determinado na forma de sulfato (SO_4^{2-}), são muito variáveis. Alguns pesquisadores relatam aumento na extração de S- SO_4^{2-} em relação às amostras úmidas, enquanto outros relatam não haver diferenças (SEARLE & SPARLING, 1987 e ROSS & BARLETT, 1990). A secagem em temperaturas mais elevadas, por outro lado, geralmente leva à maior extração de S- SO_4^{2-} (PEVERILL et al., 1975 e MOLLOY & LOCKMAN, 1979).

2.3.5. K trocável:

A secagem da amostra pode aumentar ou reduzir a quantidade extraída de potássio trocável dependendo do teor original desse elemento no solo. De forma geral, os solos que contêm minerais de argila do tipo 2:1 liberam K

para formas trocáveis, quando são sujeitos à secagem, se estes solos apresentarem baixos teores de K trocável. Por outro lado, quando o teor é alto, eles tendem a fixar K quando secos (BARTLETT & JAMES, 1980 e HABY et al., 1988)

Os efeitos de temperaturas mais elevadas são variáveis, dependendo do solo, mas de pouca significação em termos de interpretação dos resultados (MOLLOY & LOCKMAN, 1979; PAYNE & RECHCIGL, 1989 e TOMÉ JUNIOR & DECHEN, 1992).

Períodos alternados de secagem e reumedecimento causam considerável aumento no K extraído (OMUETI & AGBOOLA, 1979).

2.3.6. Outros cátions trocáveis (Ca, Mg e Al):

Resultados experimentais indicam poucas diferenças nos teores destes nutrientes entre a amostra úmida e seca ao ar ou em temperaturas não muito elevadas (até 40 °C). Maiores variações ocorrem quando a secagem é feita sob temperaturas mais elevadas, mas mesmo assim, não são mudanças muito drásticas nos resultados (THIEN et al., 1978; MOLLOY & LOCKMAN, 1979; CHITOLINA et al., 1989; PAYNE & RECHCIGL, 1989 e TOMÉ JUNIOR & DECHEN, 1992).

2.3.7. Características físicas:

VIQUEIRA (1977) relata aumentos nas propriedades hidrofóbicas em amostras de solo, devido à

secagem. Isto poderá ocasionar perda de representatividade em estudos sobre relações solo-água (capacidade de campo, água disponível, etc).

HESSE (1971) resume os resultados de alguns pesquisadores que testaram o efeito da secagem sobre outras características físicas do solo, relatando que a secagem pode levar a erros na determinação da textura do solo. Solos argilosos, depois de secos, podem apresentar comportamento de consistência e retenção de umidade característicos de solos arenosos, sendo tal efeito independente de atividade bacteriana ou de modificações estruturais na M.O.. Foi sugerido como causa a desidratação irreversível das partículas de argila, causando sua cimentação e que, por isso, não foram dispersadas durante a análise da textura.

2.4. Alterações na determinação de micronutrientes:

A influência do pré-tratamento das amostras tem sido mais estudada para os micronutrientes do que para qualquer outra determinação. Trabalhos pioneiros datam da década de 40 (FUJIMOTO & SHERMAN, 1945) e, desde então, muitas pesquisas foram publicadas, permitindo identificar as principais fontes de alterações nos resultados da extração de micronutrientes, embora as explicações para estas alterações não sejam ainda bem claras.

As causas das alterações são as seguintes:

a) a maioria dos experimentos demonstram que a secagem ao ar já é suficiente para elevar a extração em relação às amostras úmidas e caso sejam utilizadas temperaturas mais elevadas os acréscimos serão proporcionais à temperatura, embora em alguns estudos tenham sido observados casos de solos em que a temperatura não teve influência ou ocorreram teores menores na secagem ao ar que nas temperaturas elevadas. Quando há efeito da secagem, ele corre com todos os extratores menos enérgicos (água, agentes complexantes e ácidos fracos) e é menos pronunciado nos extratores mais fortes (pirofosfato e oxalato). A magnitude das alterações é variável com o extrator, com o elemento e com o solo (KHAN & SOLTANPUR, 1978; THIEN et al., 1978; MOLLOY & LOCKMAN, 1979; SHUMAN, 1980; WILLIAMS & McLAREN, 1982; LEGGETT & ARGYLE, 1983; PAVAN & MIYAZAWA, 1984; HOMMA, 1986; BERNDT, 1988; PAYNE & RECHCIGL, 1989; HAYNES & SWIFT, 1991; RECHCIGL et al., 1992 e JONES & EDWARDS, 1993);

b) moagem da amostra e segregação das partículas (SEVERSON et al., 1979 e WIKNER, 1986);

c) armazenamento das amostras úmidas ou incubação (KHAN & SOLTANPOUR, 1978; SHUMAN, 1980; CAMARGO et al., 1982; WILLIAMS & McLAREN, 1982 e BERNDT, 1988);

d) armazenamento das amostras secas (BARTLETT & JAMES, 1980; WILLIAMS & McLAREN, 1982; PAVAN & MIYAZAWA, 1984 e BERNDT, 1988);

e) reumedecimento das amostras secas (KHAN, 1979; KHAN & BANWART, 1979; LEGGETT & ARGYLE, 1983 e HAYNES & SWIFT, 1991);

f) umidade da amostra no momento da coleta, condições de umidade do solo antecedentes à coleta e época do ano (SHUMAN, 1980; PAVAN & MIYAZAWA, 1984);

g) temperatura durante a extração (LINDSAY & NORVELL, 1978 e WILLIAMS & McLAREN, 1982).

2.4.1. Efeito da secagem:

As alterações na extração dos micronutrientes catiônicos com a secagem é ocorrência largamente conhecida na literatura, mas a magnitude destas alterações difere entre os elementos, solos e extratores. Isto não é de todo surpreendente, quando se considera a complexidade das frações extraíveis dos micronutrientes nos solos. A contribuição relativa de cada uma das formas lábeis para a porção extraível vai variar entre os diferentes elementos num mesmo solo e para o mesmo elemento em diferentes solos. Além do mais, cada extrator vai, provavelmente, remover diferentes proporções dos íons de cada um destes conjuntos de formas lábeis (RAIJ & BATAGLIA, 1991).

Os resultados do trabalho de HAYNES &

SWIFT(1991) exemplificam bem estes aspectos. Constataram esses autores que a secagem (ao ar e em forno) aumentou as quantidades de Cu, Fe, Zn e Mn extraídos por EDTA, DTPA e HCl 0,1N. A secagem ao forno (100°C, 48 horas) teve um efeito mais pronunciado que a secagem ao ar. A porcentagem de aumento foi diferente para cada elemento, extrator e tipo de solo. Não houve correlação entre a porcentagem de aumento de um micronutriente e a porcentagem de outro, nem dentro de um mesmo extrator, nem entre vários extratores. Entretanto, houve correlação positiva e significativa entre a proporção de acréscimo da secagem ao ar com a proporção de acréscimo da secagem ao forno, dentro de cada elemento e extrator, ou seja, quanto maiores os acréscimos na secagem ao ar, maiores foram os acréscimos na secagem ao forno.

Postula-se a existência de dois mecanismos envolvidos no aumento da extração de micronutrientes com a secagem. No experimento de HAYNES & SWIFT (1991), os aumentos na extração de Cu e Zn foram prontamente revertidos com o reumedecimento das amostras, mas os de Mn e, em menor extensão, os de Fe, não o foram. Segundo os autores, os acréscimos reversíveis estariam provavelmente relacionados à destruição e reforma das associações organo-minerais induzidas, respectivamente, pela secagem e pelo reumedecimento das amostras. Os micronutrientes, segundo SOUZA (1989), podem ser presos por colóides orgânicos devido a vários mecanismos: há os que agem como

uma ponte entre as argilas e os colóides orgânicos, há aqueles ligados fracamente por adsorção e outros formando complexos com compostos orgânicos. É razoável supor-se que estes, portanto, possam tornar-se mais facilmente extraíveis, seguindo a uma possível destruição destes compostos orgânicos. CAMARGO (1988) apresenta dois modelos de estrutura dos complexos formados entre os micronutrientes e compostos orgânicos:

HAYNES & SWIFT (1991) apresentaram como evidência de sua hipótese o fato de, simultaneamente ao aumento na extração dos micronutrientes, ocorrer também uma maior solubilização da M.O., medida através da absorbância dos extratos em comprimento de onda na faixa do azul (420nm). Esta, apesar de ser uma evidência apenas indireta, é bastante consistente, mas coube a MIYAZAWA et al. (1993) obterem uma comprovação direta desse mecanismo, embora tenham analisado apenas o elemento manganês. Trabalhando com a camada superficial de um Latossolo Roxo distrófico, obtiveram aumentos na extração de Mn devido à secagem, autoclavagem, incineração e oxidação com H_2O_2 , concluindo

que esta liberação foi proveniente da decomposição térmica dos quelatos orgânicos. No solo natural, a solubilidade do Mn seria controlada pela produção de ligantes orgânicos (L), exudados pelos microrganismos como subproduto dos processos biológicos, de acordo com a seguinte reação:

Os processos que reduzem a produção do ligante orgânico (L) pelos microrganismos do solo favorecem o sentido da reação para a direita. Quando a atividade microbiana estivesse normal, a reação seria deslocada para a esquerda. Este mecanismo foi derivado da observação de que o reumedecimento do solo com água ou com um extrato aquoso de solo de mata causou uma reversão no acréscimo de extração do Mn, não havendo esta reversão quando o solo foi mantido seco ou úmido com água esterilizada, provavelmente, segundo os autores, devido à falta de microrganismos para a produção do ligante orgânico (L).

Obviamente, o reumedecimento a que se referem esses experimentos foram feitos por períodos de tempo maiores que aqueles utilizados nos procedimentos de extração. Em ambos os trabalhos referidos anteriormente este período foi de, no mínimo, uma semana.

Trabalhos anteriores ao de MIYAZAWA et al.(1993) questionaram a influência dos microrganismos na reversão do acréscimo de solubilidade que ocorre após o

reumedecimento. KHAN & BANWART (1979) verificaram que a incubação úmida por uma semana reduziu a extração de Cu, Fe e Zn e que a adição de tolueno (agente bactericida) não evitou este efeito, sugerindo que ele não é de origem microbiana. Em outro trabalho, KHAN (1979) observou que a incubação úmida reduziu a extração de Mn pelo DTPA em solos com pH alto ($> 5,7$) e com alta atividade microbiana. O tratamento com tolueno, por outro lado, aumentou a extração de Mn nesses solos, por razões desconhecidas. O nível de Mn, entretanto, não se modificou sob incubação, com ou sem tolueno, nos solos com pH $< 5,7$ e pH $> 5,7$ mas com teor de M.O. menor que 1%.

No trabalho de HAYNES & SWIFT (1991), a adição de clorofórmio (outro agente bactericida) também não evitou a redução nos teores de micronutrientes durante a incubação. É importante observar que nesse trabalho a reversão ocorreu para o Cu e Zn extraídos pelo EDTA, DTPA e HCl 0,1N; para o Fe somente quando extraído por EDTA e DTPA e não ocorreu para o Mn em qualquer dos três extratores. LEGGETT & ARGYLLE (1983) também não observaram reversão dos acréscimos dos micronutrientes com o reumedecimento das amostras secas ao ar, talvez devido ao curto período de incubação que foi de 24 horas antes da extração.

Esses resultados discrepantes sugerem que o assunto demanda mais estudos para ser completamente elucidado, no que se refere à influência ou não dos

microrganismos na reversão da solubilidade com o reumedecimento das amostras. Não obstante, a maioria dos trabalhos consultados mostram que, em geral, esta reversão ocorre (ver outras citações no item 2.4.2) e que as evidências de que estão envolvidas destruição e reforma de associações organo-minerais são bastante fortes.

Um questionamento deve ser feito em relação à efetividade de substâncias como o tolueno e o clorofórmio em suprimir totalmente a atividade microbiana das amostras. Nos estudos de KHAN (1979) e KHAN & BANWART (1979), a eficiência do tolueno foi determinada pela redução percentual na evolução de CO_2 nas amostras tratadas em relação às que não foram tratadas. Num solo com alto teor de M.O., esta redução foi de 90% e em outro, com teores menores, de 93%. Vê-se, portanto, que ainda houve certa atividade microbiana nos solos fumigados, e se esta atividade, embora pequena, for suficiente para a produção do ligante orgânico (L), ocorreria a reversão. A expressão percentual ignora a diferença na quantidade absoluta de atividade microbiana entre os dois solos. No solo rico em M.O. não tratado, houve uma liberação de CO_2 sete vezes maior que a do solo pobre em M.O. não tratado. Assim, a redução foi de 90%, mas relativa a uma quantidade absoluta maior, ou seja, a atividade microbiana remanescente no solo rico em M.O. tratado com tolueno foi maior que a do solo pobre em M.O. não tratado. Em HAYNES & SWIFT (1991) não

foram apresentados dados para comprovar a efetividade do clorofórmio.

O aumento da extração de N e P com a secagem pode ser proveniente da biomassa microbiana morta. No caso dos micronutrientes, entretanto, os acréscimos são muito grandes para serem explicados por este mecanismo (Sparling & Berrow, 1985¹, citados por HAYNES & SWIFT, 1991).

Outro mecanismo de aumento na liberação dos micronutrientes com a secagem, refere-se a mudanças no estado de oxidação e/ou hidratação dos óxidos que os contêm. Este mecanismo tem sido estudado principalmente para o elemento manganês, existindo vários trabalhos sugerindo que a secagem causa desidratação dos óxidos de Mn, aumentando a sua solubilidade (várias citações podem ser encontradas em PAVAN & MIYAZAWA, 1984 e BERNDT, 1988).

É mais provável que ambos os mecanismos ocorram simultaneamente, um ou outro assumindo maior importância conforme o tipo de solo. KHANNA & MISHRA (1978), por exemplo, verificaram que a secagem ao ar causou acréscimos de 1,5 a 8 vezes no Mn extraível na maioria dos solos, excetuando-se aqueles ricos em M.O., o que levou os autores a concluir que este acréscimo não foi proveniente

1. SPARLING, G. P. & BERROW, M. L. Effect of air-drying, α -irradiation and fumigation of soil on extractability of traces elements. *Journal of Agricultural Science*, Cambridge, **104**: 223-26, 1985.

de formas orgânicas, mas do aumento na solubilidade dos óxidos. Já HAMMES & BERGER (1960) haviam concluído que o Mn não foi liberado por simples desidratação dos óxidos, e desde que ele veio da fração orgânica (extraível com EDTA), ele provavelmente foi proveniente da oxidação química da matéria orgânica.

No trabalho de PAVAN & MIYAZAWA (1984) as maiores variações (aumentos na extração) no Mn foram observadas nos solos contendo teores mais elevados de M.O., os quais também possuíam, entretanto, maiores quantidades de óxidos totais de Mn, não sendo possível concluir-se qual o mecanismo predominante. Por outro lado, nesse trabalho foi verificado que o aumento na extração do Mn depende do efeito da temperatura durante a secagem, provavelmente devido à oxidação da M.O., pois não ocorreram acréscimos quando a secagem foi feita numa cuba fechada contendo H_2SO_4 concentrado, que retira água da amostra sem elevar a temperatura.

De forma semelhante, LEGGETT & ARGYLLE (1983) conseguiram diferenciar o efeito da temperatura e da desidratação na secagem das amostras, comparando a secagem em estufa (100 °C) com a retirada da água por congelamento. Em todos os quatro solos estudados houve acréscimos na concentração de Cu, Fe, Mn, e Zn extraídos por DTPA, tanto devido à temperatura quanto à desidratação, sendo mais pronunciado o efeito da temperatura.

Em vista desses resultados, pode-se dizer que se a causa predominante da liberação dos micronutrientes com a secagem é a destruição das associações destes com componentes orgânicos, o calor parece ser a fonte de energia capaz de quebrá-las.

2.4.2 Efeito do armazenamento das amostras:

No item anterior foram referidos alguns resultados demonstrando que, de uma maneira geral, quando amostras secas são reumedecidas e incubadas por períodos de tempo suficientes, pode ocorrer uma reversão do acréscimo na extração ocorrida com a secagem, havendo dúvidas se este efeito pode ou não ser creditado à atividade bacteriana. Existem, entretanto, outros trabalhos que estudaram mais pormenorizadamente este efeito, os quais demonstraram que a ocorrência da reversão pode depender do nutriente analisado, do tipo de solo e de seu teor inicial de umidade, bem como a temperatura durante a incubação.

No trabalho de WILLIAMS & McLAREN (1982) observou-se, por exemplo, redução na extração de Cu pelo EDTA tanto em solos incubados úmidos quanto secos durante um período de 4 a 44 semanas, sendo que a redução nos teores foi maior naqueles incubados úmidos e que receberam adição de Cu antes da incubação. A mesma tendência foi observada quando não se adicionou o Cu, mas o grau de

redução foi menor. Esse efeito não foi correlacionável a características do solo, tais como pH, teor de M.O., granulometria e conteúdo nativo de Cu, havendo correlação, entretanto, com o teor de óxidos de Fe e Mn, o que levou os autores a concluírem que a redução na extração de Cu foi devida à sua imobilização pelos óxidos e que a maior redução, ocorrida nos solos incubados úmidos, pode ser devida à maior facilidade de difusão do Cu para os sítios onde ocorreu a imobilização.

SHUMAN (1980), trabalhando com solos alcalinos e de textura média a arenosa, testou o efeito da temperatura (10, 25 e 40°C) e do teor de umidade (5, 1/3 e 0 atm) durante o armazenamento por um período de 2 semanas. O efeito da incubação foi diferente conforme esses fatores e se a extração foi executada na amostra úmida ou na seca. Nas amostras analisadas úmidas, o aumento na temperatura durante a incubação causou aumento na extração de Cu, Fe, Mn, e Zn pelo extrator DTPA nas amostras que estavam mais úmidas (0 atm), enquanto não houve efeito da temperatura nas amostras incubadas mais secas. Quando as amostras foram secas ao ar, após a incubação, houve maior extração de Fe e Mn naquelas incubadas mais secas e menor naquelas incubadas a 0 atm (quando comparadas às amostras analisadas úmidas). Já para o Cu e o Zn a secagem ao ar causou acréscimos na extração em todos os níveis de umidade. O aumento da temperatura durante a incubação causou redução na extração

de Zn, nas amostras secas ao ar.

Tais resultados são particularmente importantes por demonstrarem que o efeito da secagem ao ar irá depender das condições de umidade e temperatura durante o armazenamento das amostras, mas, infelizmente, os autores não analisaram os solos antes do armazenamento, o que permitiria estudar os efeitos da incubação em si mesma e não apenas das condições da incubação.

A influência do armazenamento, estudada nos trabalhos até aqui expostos, referem-se a amostras previamente secas ao ar e, então, reumedecidas. Há pouca referência ao fato de armazenar-se as amostras nas condições de umidade em que foram coletadas, embora esta diferenciação talvez não seja importante, uma vez que o solo, em condições naturais, está sujeito a ciclos de umidade e, assim, uma amostra coletada úmida poderia ter estado seca, a poucos dias antes da coleta.

Trabalhando com solos do Estado de São Paulo, CAMARGO et al. (1982), embora sem deixar claro se as amostras foram coletadas úmidas ou foram reumedecidas, verificaram que o armazenamento no estado úmido, por um período de 60 dias, causou redução nas extrações de Cu, Fe, Mn e Zn pelo DTPA (comparando com aquelas não armazenadas) em 90% dos 24 solos testados. A mesma tendência foi observada para o extrator Mehlich 1, mas neste caso, sem diferença estatística entre as amostras incubadas ou não.

Dos trabalhos revisados, BERNDT (1988) foi o único que verificou o efeito do armazenamento das amostras com a umidade em que foram coletadas ao invés de reumedecê-las. Foi observado que quando as amostras foram armazenadas à temperatura de 4 °C, em geral o Mn permaneceu estável por um período de 82 dias, embora em um dos solos utilizados, tenha ocorrido um acréscimo de 3 vezes no teor deste elemento. Quando armazenadas a 20 °C também não ocorreram acréscimos em 14 dos solos, mas houve pequenos acréscimos em um deles e os teores aumentaram em 5 vezes em outro solo. Neste experimento, o Mn foi extraído por uma solução de CaCl_2 0,01 M.

Pode-se dizer, assim, que a influência do armazenamento das amostras úmidas é imprevisível pois é variável entre os solos e depende das condições em que o armazenamento foi feito e também do extrator utilizado.

Mesmo o armazenamento das amostras no estado seco não é suficiente para evitar-se alterações. BARTLETT & JAMES (1980) argumentam que a secagem leva o solo a um novo estado de equilíbrio, não sendo seguro admitir-se que, uma vez seco, ele permaneça estável. WILLIAMS & McLAREN (1982), por exemplo, observaram redução na extração de Cu pelo EDTA nas amostras secas e armazenadas durante um período de até 48 semanas.

LEGGETT & ARGYLE (1983) relataram acréscimos

nos teores de Fe e Mn, nas amostras armazenadas secas, que variaram conforme o tipo de solo e a temperatura de secagem. Para o Cu e o Zn não ocorreram alterações mensuráveis.

Resultados de PAVAN & MIYAZAWA (1984) e de BERNDT (1988), além de várias citações feitas por esses autores, demonstram que o nutriente Mn foi o mais estudado com relação a este aspecto. Na maioria das vezes, ocorrem acréscimos nos seus teores durante o armazenamento das amostras secas, os quais são proporcionais ao tempo de armazenagem e iniciam-se logo após a secagem. Sendo assim, pelo menos para o Mn, e provavelmente também para o Fe, pode-se dizer que os resultados da extração serão variáveis, dependendo do tempo transcorrido entre a secagem e o procedimento de extração.

2.4.3. Outros fatores de variabilidade:

Além do método de secagem e do armazenamento das amostras, os trabalhos revisados mostraram a existência de outros fatores capazes de alterar os resultados analíticos. SEVERSON et al. (1979) relatam diferenças nos teores extraídos de Cu, Fe, Mn e Zn pelo DTPA, dependendo da fração granulométrica dos agregados da amostras. Esta foi dividida em subamostras da seguinte forma: tudo o que passou em peneira com malha de 2 mm (todos os agregados menores que 2 mm); o que ficou retido numa peneira com

malha de 150 μm (agregados com tamanho entre 150 μm e 2mm) e o que passou na peneira de 150 μm (agregados menores que 150 μm). Em geral os teores dos 4 nutrientes eram mais elevados quanto menor o tamanho das partículas, havendo diferenças superiores a 100% em relação à amostra que continha agregados de todos os tamanhos (< 2 mm). O efeito foi creditado pelos autores ao aumento da superfície de contato das partículas com o extrator.

O mesmo foi observado por WIKNER (1986) para o nutriente boro e por MOURA FILHO & BUOL (1976) para as determinações de pH, alumínio trocável e fósforo disponível. Embora no laboratório de rotina não seja feita a separação dos agregados por tamanho, deve-se considerar que não há uma padronização do vigor com que a amostra é moída, podendo haver consideráveis diferenças entre laboratórios. Além disto, não se pode descartar a ocorrência de segregação dos agregados durante o manuseio da amostra moída, quando os agregados menores tendem a migrar para o fundo dos recipientes e, assim, ao se tomar uma alíquota da amostra para a extração, se esta não for homogeneizada, poderão ser tomados apenas os agregados maiores, prejudicando a representatividade dos resultados.

Outro fator de variabilidade observado pelos pesquisadores foi a temperatura durante o procedimento de extração. LINDSAY & NORVELL (1978) verificaram que um aumento de 10 $^{\circ}\text{C}$ durante uma extração de 2 horas causou

aumento de 54% no Mn e 15, 24 e 30% no Zn, Cu e Fe respectivamente, quando foi utilizado o DTPA como extrator. O teor de Cu extraído pelo EDTA foi mais elevado quanto maior a temperatura durante a extração, a qual variou de 10 a 30 °C (WILLIAMS & McLAREN, 1982). Neste caso observou-se que os teores mais elevados de Cu foram acompanhados por maior quantidade de M.O. solúvel (indicados por uma densidade ótica mais elevada nos extratos), sugerindo ter sido esta a provável fonte de Cu extra.

2.5. Visão agronômica do problema:

Todas estas fontes de variação representam, sem dúvida, uma dificuldade adicional no estabelecimento de metodologias eficientes para a detecção de problemas nutricionais no solo com relação aos micronutrientes, pois além de se testar a eficiência do extrator, será necessária uma rigorosa padronização nos procedimentos de preparo da amostra e durante a extração.

Os efeitos da secagem são importantes na análise de solo para micronutrientes, já que os resultados, em geral, são calibrados com a absorção pelas plantas usando-se amostras secas ao ar (BOER & REISENAUER, 1973 e LINDSAY & NORVELL, 1978) e nos laboratórios de análises de rotina poderão ser usadas outras temperaturas. Pesquisas demonstraram que geralmente não se obtém correlação entre os valores obtidos com a secagem ao ar e a temperaturas

mais elevadas, quando vários tipos de solo são considerados em conjunto (LEGGETT & ARGYLE, 1983 e HAYNES & SWIFT, 1991), descartando-se a possibilidade do uso de equações gerais para correção dos valores.

Alguns dos autores consultados desencorajam o uso de análises de solo para micronutrientes. No caso do Mn, por exemplo, os resultados de PAVAN & MIYAZAWA (1984) levaram os autores a concluírem que "se um solo for seco ao ar, os resultados referentes a este nutriente são imprevisíveis, dependendo principalmente, do tempo entre a secagem e a extração e do pH, matéria orgânica e textura do solo, fatores que podem causar erros na interpretação dos resultados da análise de Mn trocável para fins de fertilidade".

Da mesma forma, BERNDT (1988) afirma ser questionável se o teor de Mn extraível no solo poderia ser usado para prever a possibilidade de ocorrência de deficiências de Mn nas mais diversas culturas e numa grande variedade de tipos de solo. Complementa que o valor do pH parece ser a determinação com maior potencial para tal previsão, principalmente se forem incluídas, na regressão múltipla, características do solo, como, textura e teor de matéria orgânica.

A mais completa discussão sobre este aspecto foi feita por HAYNES & SWIFT (1991). Segundo esses autores, a confiabilidade das análises é influenciada por

fatores como a escolha do extrator, variabilidade espacial e outras características dos solos, como o pH, mineralogia e conteúdo de M.O.. A estes podem ainda ser somados o comportamento diferencial entre as culturas e entre variedades de uma mesma espécie, quanto às exigências e/ou tolerâncias aos micronutrientes. Os acréscimos na extração desses elementos devidos à secagem são imprevisíveis, por serem diferentes entre cada um deles, cada extrator e cada tipo de solo e, assim, será uma fonte adicional de variabilidade quando for tentada a correlação entre os teores extraídos e a resposta da cultura.

Tal efeito não deve ser negligenciado pois, pelo menos quando o EDTA foi usado como extrator, o efeito persistiu mesmo quando amostras úmidas e secas foram submetidas a 6 extrações seqüenciais de 2 horas, após o tempo de extração ter sido aumentado de 2 para 48 horas e após a concentração de EDTA ter sido aumentada de 0,005 para 0,16M. Isto indica que o efeito é de alteração consistente na estrutura intrínseca da amostra e não meramente um defeito analítico.

Não menos problemas podem ser associados ao uso de amostras úmidas, pois além das dificuldades no manuseio da amostra, ficou demonstrado por SHUMAN (1980) que a umidade anterior a que o solo estava sujeito pode influenciar significativamente as quantidades de Cu, Fe, Mn e Zn extraídos pelo DTPA. A secagem assegura que estes

elementos sejam extraídos em conteúdos similares de umidade. Assim, uma fonte de variabilidade é removida, mas outra, talvez mais importante, é criada.

No ambiente natural, o solo está sujeito a ciclos de umidade durante o período de desenvolvimento da cultura, com a conseqüente influência na disponibilidade dos micronutrientes, o que não será considerado numa extração de alguns minutos. Tudo isso levou HAYNES & SWIFT (1991) a afirmarem que a quantidade de micronutrientes extraídos em amostras secas ao ar provavelmente tenham pouca significação agronômica.

Outro valioso alerta foi feito por SHUMAN (1980), quando lembra que muitos experimentos com química de solo são realizados com amostras coletadas, secas ao ar, armazenadas e, então, reumedecidas por várias semanas (período experimental). Depois essas amostras são, usualmente, secas novamente antes da extração. Os efeitos de todos estes processos sobre a extração de micronutrientes e sobre a sua absorção pela planta-teste devem ser consideráveis e não podem ser ignorados.

Pode ser acrescentado o caso em que porções de solo são tratadas termicamente, visando sua esterilização, para serem utilizadas como substratos de plantas ornamentais, produção de mudas a serem transplantadas ou ainda para experimentos em microbiologia do solo (micorrizas). O calor aumentará a solubilização de

íons metálicos, principalmente o Fe e Mn, que são os mais abundantes e cuja solubilização se mostrou irreversível no curto prazo. É bem conhecido o caso de tratamento térmico de solo visando a erradicação de nematóides, o qual induz fitotoxidez pelo Mn liberado (LORDELLO, 1981 e FERRAZ, 1992). A ocorrência de fitotoxidez poderá influenciar nos resultados experimentais ou na futura produtividade das plantas, já que uma muda saudável é a base do empreendimento agrícola.

Todas as alterações até aqui discutidas referem-se ao uso de soluções extratoras que visam classificar o solo quanto à sua capacidade em fornecer nutrientes às plantas. Entretanto, os efeitos do pré-tratamento da amostra também influenciam os resultados de estudos da solução do solo. JONES & EDWARDS (1993) estudaram o efeito do teor de umidade e da técnica de preparo sobre a composição da solução do solo obtida por centrifugação e observaram que mesmo a secagem ao ar, considerada menos drástica, causou sérias alterações na composição da solução extraída, que foram de magnitude variável conforme o solo, comprometendo a validade destes estudos.

2.6. Considerações teóricas sobre os extratores empregados:

Uma discussão minuciosa sobre a ação dos extratores normalmente utilizados para os micronutrientes

estaria fora do escopo deste trabalho. No entanto, tornam-se oportunas considerações referentes ao modo de ação dos extratores utilizados neste ensaio, os quais foram escolhidos em função do fato de que têm sido utilizados para os quatro micronutrientes avaliados e da freqüência de estudos no Brasil.

As soluções diluídas de ácidos fortes, tais como o Mehlich 1 e o HCl 0,1N, são empíricas e o seu uso freqüente se deve, em parte, a conveniências analíticas, pois, como no caso do Mehlich 1, o mesmo extrato é utilizado na avaliação da disponibilidade de P e K. Segundo RAIJ & BATAGLIA (1991), a extração com essas soluções dificilmente abrangerá formas definidas do conjunto de formas lábeis existentes no solo. Devem ser extraídos os teores solúveis em água, trocáveis e parte dos elementos complexados ou adsorvidos na superfície de óxidos de Fe e Al. Pelo efeito solubilizante que estes ácidos apresentam, também é de se esperar que formas não lábeis de micronutrientes possam ser extraídas. Como a concentração molar de hidrogênio no extrator HCl 0,1N (de 0,1 M) é quase o dobro daquela do extrator Mehlich 1 (de 0,0625 M), é de se esperar que o primeiro tenha uma maior capacidade de extração que o segundo.

No caso dos extratores contendo agentes complexantes, como o DTPA, há maior base teórica para a sua ação. Segundo LINDSAY & NORVELL (1978), esses agentes

combinam-se com os íons metálicos livres na solução, formando complexos solúveis, reduzindo, desta forma, a atividade destes íons na solução. Como resposta, íons metálicos são desorvidos de superfícies do solo ou dissolvidos de fases sólidas lábeis, para repor aqueles retirados da solução pelo agente quelante. Por outro lado, sabe-se que grande parte, comumente a maioria, dos íons metálicos na solução do solo estão formando complexos solúveis com quelantes orgânicos de ocorrência natural no solo, como ácidos fúlvico e húmico, aminoácidos e outros, e essas formas também contribuem para o total absorvido pelas plantas (KABATA-PENDIAS & PENDIAS, 1985; TISDALE et al., 1985 e MENGEL & KIRKBY, 1987). Assim, é estabelecido o seguinte equilíbrio:

O complexante na solução extratora torna-se um repositório do micronutriente que está sendo extraído. Para que o equilíbrio se desloque para a direita, é necessário que o agente complexante apresente uma constante de estabilidade adequada, não só para fazer frente aos complexantes naturais do solo mas para simultaneamente complexar os micronutrientes catiônicos que se deseja extrair. O DTPA oferece, segundo LINDSAY & NORVELL (1978),

valores adequados para tal fim. Nesse mesmo estudo, foram avaliados diversos parâmetros analíticos capazes de alterar os resultados, tais como o pH da solução extratora, concentração do agente quelante, tempo de agitação e temperatura durante a extração. Dessa forma, os autores estabeleceram uma metodologia bem definida, o que favorece a comparação entre os estudos realizados em várias partes do mundo e esta pode ser uma razão para a freqüente utilização desse método.

3. MATERIAL E MÉTODOS:

3.1. Unidades de solo amostradas:

As amostras utilizadas foram provenientes de 5 unidades de solos selecionadas em função das suas diferenças marcantes em características como granulometria, grau de desenvolvimento pedogenético e teor de M.O.. As unidades selecionadas e suas características mais importantes encontram-se na Tabela 1. Descrição mais detalhada dos perfis pode ser encontrada no Apêndice 1. As referências aos solos, no texto, foram feitas pelos símbolos adotados nesta tabela, com base na nomenclatura preconizada nos boletins do Centro Nacional de Pesquisa de Solos (C.N.P.S.).

3.2. Amostragem e tratamento das amostras:

Em cada unidade de solo, as amostras foram tomadas em um só local do terreno, num raio de 20 cm, nos primeiros 20 cm de profundidade do horizonte A e nos primeiros 20 cm a partir do início do horizonte B, com a umidade natural do solo no momento da coleta.

Tabela 1: Principais características dos solos utilizados no experimento

Solos			pH			S*	T*	Saturação por bases(V%)	Análise Textural (%)		
Nome	Símbolo	Horiz.	H ₂ O	CaCl ₂	% M.O.	(meq/100cm ³)			Areia	Silte	Argila
Brunizem Avermelhado (Mollisol)	BV	Ap	6,8	5,7	3,96	22,1	27,8	79,5	25	28	47
		Bt	7,1	5,7	0,86	29,9	36,4	82,0	21	14	65
Areia Quartzosa (Entisol)	AQ	Ap	6,2	5,0	0,51	2,4	4,9	48,5	88	2	10
		c	6,3	5,3	0,34	2,6	4,9	52,3	86	2	12
Podzólico Vermelho Amarelo (Ultisol)	PV	Ap	5,6	4,4	1,03	3,4	7,9	43,5	59	26	15
		Bt	5,0	3,6	0,69	3,2	10,4	30,6	23	20	57
Orgânico (Histosol)	HO	Hd**	4,9	3,9	24,8	0,6	18,2	3,1	59	18	23
Podzólico Vermelho Amarelo Latossólico (Ultisol)	PV2	Ap	5,3	4,2	4,48	3,7	13,6	26,9	25	20	55
		Bt	5,2	4,5	2,41	2,2	8,9	24,9	13	18	69

* S = Soma de Bases (Ca+Mg+K) e T = CTC a pH=7,0 [S+(H+Al)]

** No solo orgânico o horizonte superficial se aprofundava a mais de 1m, razão pela qual trabalhou-se apenas com este horizonte.

No dia seguinte, as amostras de cada horizonte foram homogeneizadas e divididas em 3 subamostras, que constituíram os 3 blocos ou repetições. De cada subamostra foram tomadas 18 alíquotas com cerca de 30 gramas (50 gramas no solo orgânico) para placas de Petri. As primeiras 9 alíquotas foram secas imediatamente e as 9 restantes foram armazenadas úmidas em sacos vedados de polietileno por 7 dias, antes de serem submetidas à secagem.

Os tratamentos de secagem consistiram de: secagem ao ar por 72 horas (temperatura ambiente que variou de 19 a 26°C) em sala fechada com iluminação artificial; secagem em estufa a 40°C por 48 horas e secagem em estufa a 105 °C por 24 horas. O desenho da Figura 2 ajuda a visualizar o esquema de tratamento das amostras.

Após o tratamento de secagem, cada alíquota foi moída e peneirada (2 mm). Em todas as etapas de amostragem e tratamento das alíquotas foram utilizados utensílios de aço inoxidável, placas de vidro e sacos de polietileno, visando evitar-se contaminações.

Figura 2: Esquema demonstrativo dos tratamentos das alíquotas

3.3. Extração dos micronutrientes catiônicos:

Pela metodologia de amostragem e tratamento das amostras, depreende-se que no 4º dia após a coleta de cada solo, existia um grupo de 54 alíquotas para serem analisadas, sendo 27 do horizonte A (9 de cada tratamento de secagem) e 27 dos horizontes subsuperficiais. No 11º dia após a coleta, outro grupo de 54 alíquotas, correspondentes àquelas que foram armazenadas por 7 dias. As extrações foram realizadas no 3º dia, após o término da secagem de cada grupo.

Das 9 alíquotas oriundas da cada tratamento de secagem, 3 delas foram analisadas em cada um dos extratores, de acordo com as seguintes metodologias:

-Extrator HCl 0,1N: 5 gramas de solo + 50 ml de extrator, agitação por 60 minutos + filtração;

-Extrator Mehlich 1 (H_2SO_4 0,025N + HCl 0,05N): 5 gramas de solo + 20 ml de extrator, agitação por 15 minutos + filtração;

-Extrator DTPA-TEA (metodologia descrita por LINDSAY & NORVELL, 1978): 10 gramas de solo + 20 ml de solução extratora, agitação por 2 horas + filtração.

Para o extrator Mehlich 1 foi utilizado o mesmo tempo de agitação em que é normalmente usado na extração de P disponível na análise de rotina. No caso do extrator HCl 0,1N, estudos feitos por MURAOKA et al. (1983) demonstraram que, pelo menos no caso do zinco, há diferenças nos teores extraídos em função do tempo de agitação (de 15 para 120 minutos). Assim, optou-se por um período intermediário entre estes dois extremos.

Nos extratos assim obtidos, foram determinados os teores dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn, utilizando-se espectrofotometria de absorção atômica.

3.4. Teor de umidade inicial e remanescente:

De cada alíquota foram anotados o peso inicial (P_i) e o peso final (P_f) após os tratamentos de secagem, utilizados para o cálculo dos teores de umidade

remanescentes. O tratamento de secagem a 105 °C por 24 horas foi considerado como secagem total (retirada completa da umidade da alíquota). Assim, o teor de umidade remanescente foi calculado pela fórmula:

$$Ur = \left[\frac{Pf}{Pi(1 - Uw)} - 1 \right] \times 100$$

onde:

Ur = umidade remanescente na alíquota (em %, base solo seco);
 Pf = peso final da alíquota, após secagem (g);
 Pi = peso inicial da alíquota (g);
 Uw = teor médio de umidade das alíquotas secas a 105 °C por 24 horas, base solo úmido, calculado pela fórmula $Uw = (Pi - Pf)/Pi$

O teor de umidade remanescente em cada alíquota foi utilizado para corrigir os teores extraídos de micronutrientes, expressando-os com base em solo seco.

3.5. Delineamento experimental e análise de variância:

O delineamento experimental foi de blocos ao acaso, com três repetições e a análise de variância obedeceu ao esquema delineado na Tabela 2, para cada extrator e solo utilizados.

A significância de cada fonte de variação foi avaliada pelo teste F, ao nível de 5% de probabilidade. As médias dos tratamentos foram comparadas pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 2. Esquema de análise de variância

Fonte de variação	graus de liberdade
Blocos	2
Armazenamento	1
Temperatura	2
Interação	2
Resíduo	10
Total	17

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Antes da apresentação e discussão dos resultados é necessário frisar que não foi objetivo deste trabalho a caracterização dos solos utilizados quanto à sua condição de fertilidade em termos de teores disponíveis de micronutrientes, inclusive porque a amostragem foi feita localizadamente. Também não se pretendeu avaliar os extratores como instrumentos preditivos ou a comparação entre extratores. Foram utilizados vários solos e três extratores como forma de promover uma abrangência maior das possíveis conclusões a respeito do pré-tratamento das amostras. A utilização do termo "teor disponível" tem o sentido de que foram utilizadas soluções extratoras normalmente testadas em estudos de avaliação da disponibilidade destes elementos para as plantas e não uma análise química total.

Por estas razões e em vista da ausência de resultados concludentes a respeito da classificação dos teores extraídos pelas soluções aqui utilizadas (LANDON, 1984 e RAIJ & BATAGLIA, 1991), optou-se por não relacionar os resultados obtidos com outros estudos que tenham

utilizado as mesmas unidades de solo e/ou extratores com o objetivo de testar a eficiência das metodologias na avaliação da disponibilidade de micronutrientes para as plantas. Assim, quando a discussão se refere a teores mais elevados ou mais baixos, trata-se de uma comparação entre todos os casos ocorridos e não um julgamento das prováveis relações entre o solo e a planta.

4.1. Teores de umidade inicial e remanescente:

Na Tabela 3 estão listados os teores de umidade existentes nas amostras no momento da coleta e após os tratamentos de secagem.

Observou-se que a secagem ao ar conseguiu retirar de 80,1 a 93,7% da umidade inicial na secagem imediata e 75,8 a 95,3 após 7 dias de armazenamento, em ambos os casos com média de 89,5%. A secagem a 40 °C assegurou a retirada de 91,1 a 97,8% quando feita imediatamente e 85,7 a 90% quando feita após 7 dias de armazenamento, com médias de 94,7 e 94%, respectivamente. Apesar da similaridade destas médias, observou-se considerável variação nos teores remanescentes em cada solo e horizonte quando considerados individualmente, o que justificou a correção dos teores extraídos de micronutrientes, para que todos fossem expressos com base em solo seco, evitando-se distorções devidas à umidade remanescente. Esta, em alguns casos, como o solo BV, pode

Tabela 3: Teores de umidade inicial e remanescentes*. Resultados expressos com base em solo seco. Médias de 9 repetições

Solo	Hor.	Secagem Imediata			Armazenado 7 dias			Média		
		Inicial	Remanescente		Inicial	Remanescente		Inicial	Remanescente	
			Ao ar	40 °C		Ao ar	40 °C		Ao ar	40 °C
BV	Ap	24,73	4,93 (19,9)	1,81 (7,3)	26,28	6,36 (24,2)	3,77 (14,3)	25,50	5,64 (22,1)	2,79 (10,9)
	Bt	26,43	3,54 (13,4)	0,97 (3,7)	27,17	4,78 (17,6)	1,66 (6,1)	26,80	4,16 (15,5)	1,32 (4,9)
AQ	Ap	4,89	0,59 (12,1)	0,34 (6,9)	4,79	0,27 (5,6)	0,05 (1,0)	4,84	0,43 (8,9)	0,20 (4,1)
	C	4,56	0,51 (11,2)	0,30 (6,6)	4,37	0,24 (5,5)	0,11 (2,5)	4,46	0,38 (8,5)	0,20 (4,5)
PV	Ap	6,60	0,42 (6,4)	0,59 (8,9)	7,00	0,58 (8,3)	0,43 (6,1)	6,80	0,50 (7,4)	0,51 (7,5)
	Bt	16,77	1,32 (7,9)	0,58 (3,4)	18,06	2,01 (11,1)	1,19 (6,6)	17,42	1,66 (9,5)	0,88 (5,0)
HO	Hd	188,92	11,83 (6,3)	4,16 (2,2)	199,44	16,75 (8,4)	8,15 (4,1)	194,18	14,29 (7,4)	6,16 (3,2)
PV2	Ap	25,84	2,64 (10,2)	1,26 (4,9)	25,18	2,28 (9,0)	1,59 (6,3)	25,51	2,46 (9,6)	1,42 (5,6)
	Bt	29,04	2,08 (7,2)	1,07 (3,7)	28,04	1,30 (4,6)	0,47 (1,7)	28,54	1,69 (5,9)	0,77 (2,7)

* A secagem a 105 °C/24 h foi considerada como secagem total, sendo o teor remanescente, portanto, de 0%.

Obs.: Os números entre parênteses se referem à % da umidade inicial que permaneceu na amostra.

causar diferenças de 20 a 24% nos resultados. A umidade remanescente resulta do balanço entre as forças de evaporação (temperatura e U.R. do ar e tempo de secagem) e as forças de retenção da água (capilaridade resultante da proporção, tipo e arranjo dos colóides existentes na amostra), o que explica as diferenças ocorridas entre os solos e horizontes.

Não houve um padrão de comportamento ao se comparar a secagem imediata com aquela feita após 7 dias de armazenamento, sendo a diferença, para mais ou para menos, de pouca importância na maioria dos solos e, provavelmente, resultantes de erro experimental ao acaso.

4.2. Análise de variância:

As tabelas com o resumo das análises de variância, apresentadas nas páginas 54 a 56, foram elaboradas para uma discussão geral da significância dos efeitos dos tratamentos e para facilitar a construção das tabelas com os teores de cada micronutriente em cada solo e horizonte, evitando-se, nestas últimas, a exposição de dados numéricos excessivos.

Segundo NOGUEIRA (1991), o teste de Hartley permite verificar a homocedasticidade das variâncias e, sendo esta comprovada, não há necessidade de transformações nos dados antes da análise de variância. A aplicação deste teste revelou a necessidade de transformação apenas para a

extração de Fe disponível pelo Mehlich 1 no solo BV, onde ocorreu elevado coeficiente de variação. Assim, exceto para este caso, cujos resultados da extração foram transformados para $\sqrt{(x + 0,5)}$, todos os demais resultados foram analisados sem transformações.

O efeito significativo para a fonte de variação "época" indica que os teores extraídos foram diferentes quando as amostras foram armazenadas úmidas por 7 dias antes da secagem em relação àquelas secas imediatamente. A significância da fonte de variação "temperatura" indica que os teores extraídos foram diferentes conforme a temperatura de secagem. Se houve interação significativa entre estas duas fontes, tem-se que o efeito da temperatura foi diferente nas amostras armazenadas em relação às não armazenadas ou, por outro lado, que o efeito do armazenamento variou conforme a temperatura de secagem.

Sempre ocorreu pelo menos um caso de efeito significativo dos tratamentos entre todas as determinações e solos. Os resultados do extrator HCl 0,1N não foram alterados nas determinações de Cu disponível no solo PV2 (tabela 4) e Zn disponível no horizonte A do solo PV (tabela 7). Para o extrator Mehlich 1 não houve alteração no Cu disponível no solo BV, horizonte A do solo PV (tabela 4), Fe disponível no horizonte Bt do solo BV (tabela 5) e Zn disponível no horizonte A do solo BV e no solo PV

(tabela 7). No caso do extrator DTPA não foram observadas alterações devidas aos tratamentos nas determinações de Cu e Zn disponíveis no solo AQ e Zn disponível no horizonte Bt do solo PV. A determinação de Mn disponível foi alterada significativamente em todos os solos e extratores como observa-se na tabela 6.

Não foi possível se estabelecer uma relação entre a ocorrência ou não de efeito significativo dos tratamentos com características do solo ou extrator. Os casos onde não houve efeito significativo na extração de Cu, Fe e Zn foram os solos e/ou horizontes com teores baixos (em relação aos demais), mas houve casos em que mesmo com teores baixos o efeito foi significativo.

Os coeficientes de variação mais elevados foram observados, de maneira geral, nos casos em que os teores disponíveis eram mais baixos. Como já foi comentado anteriormente, na determinação do Fe disponível pelo extrator Mehlich 1 no solo BV, os coeficientes de variação foram muito elevados (90,4% e 209,7% nos horizontes A e B respectivamente, como pode ser visto nos números entre parênteses na tabela 5). A transformação desses dados em $\sqrt{(x + 0,5)}$ foi suficiente para normalizá-los, reduzindo os coeficientes para 19,2% e 28,2%, respectivamente. Nos demais casos, o coeficiente de variação foi menor do que o esperado, pois além da variabilidade ao acaso associada a qualquer procedimento experimental, pode-se dizer, com base

na bibliografia consultada, que a extração de micronutrientes em amostras de solo está sujeita às seguintes fontes de variabilidade: segregação de partículas de diferentes frações granulométricas (SEVERSON et al., 1979 e BARTLETT & JAMES, 1980), modificações na temperatura durante o processo de extração (LINDSAY & NORVELL, 1978 e WILLIAMS & McLAREN, 1982), ocorrência de baixos teores que se aproximam dos limites de detecção dos aparelhos (RAIJ & BATAGLIA, 1991) e contaminações (LANDON, 1984 e RAIJ & BATAGLIA, 1991). Em vista de tais possibilidades de erros, pode-se dizer que, em geral, os valores dos coeficientes de variação observados neste ensaio foram razoáveis. Acredita-se que a tomada das amostras de forma localizada e a rigorosa observância de regras analíticas tenham contribuído para tal resultado.

Tabela 4: Resumo das análises de variância para a variável **Cobre disponível**

Extrator	Fonte de Variação	BV		AQ		PV		HO	PV2	
		A	Bt	A	C	A	Bt	Hd	A	Bt
HCl 0,1N	Época	**	**	ns	ns	**	**	*	ns	ns
	Temperatura	ns	**	**	*	ns	**	*	ns	ns
	Época x Temperat.	ns	ns	**	**	ns	**	ns	ns	ns
	C.V.(%)	5,6	4,3	24,6	30,9	20,8	13,4	35,8	19,4	20,3
Mehlich 1	Época	ns	ns	**	*	ns	*	**	**	**
	Temperatura	ns	ns	ns	*	ns	ns	ns	ns	**
	Época x Temperat.	ns	ns	*	*	ns	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	25,5	7,9	34,8	25,0	16,0	12,7	8,9	39,1	6,2
DTPA	Época	ns	**	ns	ns	**	**	**	ns	**
	Temperatura	**	**	ns	ns	**	**	**	**	**
	Época x Temperat.	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	4,8	4,4	47,3	39,5	9,4	4,7	7,8	7,4	4,6

Obs.: Os símbolos "ns", "*", "**" significam, respectivamente, não significativo, significativo ao nível de 5% e significativo ao nível de 1% pelo teste F. As letras C.V. representam o coeficiente de variação.

Tabela 5: Resumo das análises de variância para a variável **Ferro disponível**

Extrator	Fonte de Variação	BV		AQ		PV		HO	PV2	
		A	Bt	A	C	A	Bt	Hd	A	Bt
HCl 0,1N	Época	**	**	ns	**	*	**	**	**	ns
	Temperatura	**	**	**	**	**	**	**	**	**
	Época x Temperat.	ns	**	ns	**	ns	**	*	ns	**
	C.V.(%)	5,2	6,0	6,5	5,4	5,2	6,1	8,8	7,6	5,5
Mehlich 1	Época	*	ns	**	**	ns	*	**	**	**
	Temperatura	ns	ns	**	**	**	**	**	**	**
	Época x Temperat.	ns	ns	ns	**	ns	*	*	**	*
	C.V.(%)	19,2	28,2	7,8	5,1	6,3	13,2	11,4	12,0	17,6
		(90,4)	(209,7)							
DTPA	Época	ns	**	ns	**	ns	*	**	**	**
	Temperatura	**	**	**	**	**	**	**	ns	**
	Época x Temperat.	ns	ns	ns	ns	ns	ns	**	ns	**
	C.V.(%)	5,6	5,1	5,3	2,9	3,4	8,3	3,1	4,8	7,7

Obs.: Os símbolos "ns", "*", "**" significam, respectivamente, não significativo, significativo ao nível de 5% e significativo ao nível de 1% pelo teste F. As letras C.V. representam o coeficiente de variação.

Tabela 6: Resumo das análises de variância para a variável **Manganês disponível**

Extrator	Fonte de Variação	BV		AQ		PV		HO	PV2	
		A	Bt	A	C	A	Bt	Hd	A	Bt
HCl 0,1N	Época	**	**	**	**	**	**	**	ns	**
	Temperatura	**	**	**	**	**	ns	ns	**	**
	Época x Temperat.	**	**	**	**	ns	ns	ns	ns	*
	C.V.(%)	8,0	14,9	11,4	25,1	7,0	14,0	19,6	5,8	13,1
Mehlich 1	Época	**	**	**	**	ns	ns	**	**	**
	Temperatura	**	**	**	**	**	*	**	**	**
	Época x Temperat.	**	**	ns	*	ns	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	7,4	8,3	6,1	6,5	5,7	10,9	13,2	3,0	4,8
DTPA	Época	**	**	*	ns	**	**	**	*	**
	Temperatura	**	**	**	**	**	ns	ns	**	**
	Época x Temperat.	**	**	**	**	**	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	4,2	5,5	8,8	16,7	5,1	9,7	19,5	8,6	5,3

Obs.: Os símbolos "ns", "*", "**" significam, respectivamente, não significativo, significativo ao nível de 5% e significativo ao nível de 1% pelo teste F. As letras C.V. representam o coeficiente de variação.

Tabela 7: Resumo das análises de variância para a variável **Zinco disponível**

Extrator	Fonte de Variação	BV		AQ		PV		HO	PV2	
		A	Bt	A	C	A	Bt	Hd	A	Bt
HCl 0,1N	Época	**	**	**	**	ns	**	ns	ns	**
	Temperatura	ns	ns	ns	ns	ns	ns	**	**	**
	Época x Temperat.	*	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	*
	C.V.(%)	4,9	10,8	16,9	18,4	38,6	19,1	17,2	5,8	13,1
Mehlich 1	Época	ns	**	**	**	ns	ns	ns	**	**
	Temperatura	ns	**	**	ns	ns	ns	*	**	**
	Época x Temperat.	ns	*	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	39,3	5,4	9,0	21,9	5,9	20,8	36,5	3,0	4,8
DTPA	Época	*	**	ns	ns	**	ns	*	*	**
	Temperatura	**	ns	ns	ns	ns	ns	ns	**	**
	Época x Temperat.	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns
	C.V.(%)	4,4	7,1	36,1	14,8	8,5	20,6	21,8	8,6	5,3

Obs.: Os símbolos "ns", "*", "**" significam, respectivamente, não significativo, significativo ao nível de 5% e significativo ao nível de 1% pelo teste F. As letras C.V. representam o coeficiente de variação.

4.3. Efeito dos tratamentos sobre os teores extraídos:

4.3.1. Cobre:

Nas Tabelas 8 a 12 estão relacionados os teores extraídos de Cu. Os teores mais elevados foram obtidos com os extratores HCl 0,1N e DTPA no solo BV. Nos demais casos ocorreram valores que variaram de décimos a três unidades.

Em todos os extratores e solos ocorreu pelo menos um caso de efeito significativo da temperatura de secagem, mas o extrator Mehlich 1 foi o menos afetado por este efeito, ocorrendo diferenças significativas apenas no solo AQ (quando as amostras foram armazenadas úmidas) e no horizonte Bt do solo PV2, casos em que as amostras secas a 40°C apresentaram teores mais baixos. Esta menor sensibilidade do extrator Mehlich 1 pode estar relacionada à sua baixa capacidade de extração, pois apresentou teores sempre inferiores a 1 mg/Kg de Cu. Exceto no Horizonte C do solo AQ (DTPA), os resultados dos extratores HCl 0,1N e DTPA sofreram acréscimos com as temperaturas de secagem mais elevadas. Quando significativos, os acréscimos em relação à secagem ao ar variaram de 9,8 a 217,9% na temperatura de 105 °C e de 11,8 a 22,6% na de 40 °C (havendo, no horizonte A do solo AQ, extrator HCl 0,1N, para as amostras armazenadas, um acréscimo de 448,3%). Em função da grande discrepância de características entre os

solos AQ e HO, não foi possível se estabelecer uma explicação plausível para a ocorrência, em alguns casos, de maiores teores com a secagem ao ar. O acréscimo na extração de Cu devido ao uso de temperaturas elevadas foi relatado por THIEN et al. (1978), HAYNES & SWIFT (1991) e RECHCIGL et al. (1992), com os três extratores aqui utilizados. Entretanto, LEGGETT & ARGYLE (1983), utilizando o DTPA como extrator, observaram pequeno efeito quando variaram a temperatura de secagem de 20 até 100°C e RECHCIGL et al. (1992) não observaram diferenças entre a secagem ao ar e a 105 °C em um dos solos usados no seu experimento, o qual apresentava 80% de montmorilonita e 10% de illita (minerais de argila do tipo 2:1).

Embora tenha havido efeito do armazenamento em pelo menos um extrator em cada solo, este efeito não foi consistente, ora havendo redução e ora acréscimo devido ao armazenamento úmido. No solo BV os efeitos significativos foram sempre de redução nos teores extraídos. No solo AQ e no horizonte B do solo PV ocorreu interação entre os efeitos da secagem e armazenamento (nos resultados dos extratores ácidos), também não se observando, nesses casos, um comportamento padrão.

O armazenamento causou reduções percentuais¹ que variaram de 8,1 a 15,8% no solo BV. No solo AQ, quando houve reduções, estas variaram de 45,0 a 81,2% e nos tratamentos onde houve acréscimos, estes variaram de 66,7 a 275,0%. Nos demais solos, o efeito significativo do armazenamento, quando ocorreu, foi no sentido de aumentar os teores extraídos nas amostras armazenadas. Percentualmente, este acréscimo variou de 17,1 a 214,9%.

SHUMAN (1980) observou acréscimos na extração de Cu em amostras secas ao ar que haviam sido armazenadas úmidas com tensões de umidade de 0 bar, em relação àquelas armazenadas com tensões de 1/3 e 5 bar, em dois solos, independente da temperatura durante este armazenamento. Mas num solo arenoso, este modelo somente foi observado quando as amostras foram mantidas a 40 °C. O autor concluiu, assim, que tanto o tipo de solo quanto as condições de umidade e temperatura durante o período de armazenagem (que no seu experimento foi de 2 semanas), podem influir nos resultados de Cu-DTPA. Desta forma, é provável que pelo menos o fator tensão de umidade, se houvesse sido determinado, poderia ajudar a explicar os resultados variáveis observados no presente ensaio. Não obstante,

¹ É importante que se atente para a assimetria matemática quando são referidas "reduções percentuais" ou "acréscimos percentuais". Uma redução percentual de 50% significa que a grandeza reduziu-se à metade de seu valor inicial, enquanto que para que esta grandeza tenha seu valor dobrado é necessário um acréscimo percentual de 100%.

ficou evidente que diferentes formas de pré-tratamento das amostras influíram significativamente nos teores de Cu disponível, mas a magnitude e direção desta influência foi dependente do solo, extrator e, provavelmente, das condições de umidade com que a amostra foi coletada e armazenada, sendo, portanto, praticamente imprevisíveis.

Tabela 8: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Cobre no solo BV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	18,55	16,05	17,30 a	21,47	17,90	19,68 b
	40 °C	18,60	15,64	17,12 a	21,68	18,45	20,06 b
	105 °C	19,23	17,37	18,30 a	24,23	20,33	22,28 a
	Média	18,79 A	16,35 B		22,46 A	18,90 B	
	d.m.s.	(1)= 1,035		(2)= 1,561	(1)= 0,926		(2)= 1,397
Mehlich 1	Ao ar	0,43	0,36	0,39 a	0,79	0,77	0,78 a
	40 °C	0,39	0,32	0,36 a	0,78	0,75	0,76 a
	105 °C	0,41	0,48	0,45 a	0,83	0,82	0,82 a
	Média	0,41 A	0,39 A		0,80 A	0,78 A	
	d.m.s.	(1)= 0,107		(2)= 0,161	(1)= 0,066		(2)= 0,099
DTPA	Ao ar	10,84	10,10	10,47 c	10,07	9,30	9,69 b
	40 °C	11,59	11,83	11,71 b	10,98	9,62	10,30 b
	105 °C	13,20	12,27	12,73 a	11,60	11,07	11,33 a
	Média	11,88 A	11,40 A		10,88 A	10,00 B	
	d.m.s.	(1)= 0,581		(2)= 0,876	(1)= 0,479		(2)= 0,722

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 9: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Cobre no solo AQ

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte C		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	1,71 Aa	0,58 Bb	1,15	0,89 Bb	2,47 Aa	1,68
	40 °C	1,06 Ba	3,18 Aa	2,12	1,70 Aa	0,32 Bb	1,01
	105 °C	1,25 Aa	1,42 Ab	1,34	2,09 Aa	1,15 Bb	1,62
	Média	1,34	1,73		0,89	2,47	
	d.m.s.	(1)= 0,688		(2)= 0,848	(1)= 0,808		(2)= 0,995
Mehlich 1	Ao ar	0,12 Ba	0,45 Aa	0,29	0,27 Ba	0,45 Aa	0,36
	40 °C	0,17 Aa	0,20 Ab	0,18	0,25 Aa	0,20 Ab	0,23
	105 °C	0,23 Aa	0,29 Ab	0,26	0,28 Ba	0,47 Aa	0,38
	Média	0,17	0,32		0,27	0,37	
	d.m.s.	(1)= 0,154		(2)= 0,190	(1)= 0,146		(2)= 0,180
DTPA	Ao ar	0,25	0,26	0,26 a	0,31	0,50	0,41 a
	40 °C	0,33	0,27	0,30 a	0,43	0,48	0,45 a
	105 °C	0,35	0,24	0,30 a	0,46	0,33	0,40 a
	Média	0,31 A	0,26 A		0,40 A	0,44 A	
	d.m.s.	(1)= 0,141		(2)= 0,212	(1)= 0,173		(2)= 0,262

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 10: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Cobre no solo PV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCL 0,1 N	Ao ar	0,57	1,14	0,85 a	0,67 Bb	2,11 Aa	1,39
	40 °C	0,85	0,95	0,90 a	0,89 Bb	2,22 Aa	1,56
	105 °C	0,57	1,15	0,86 a	2,13 Aa	2,52 Aa	2,32
	Média	0,66 B	1,08 A		1,23	2,28	
	d.m.s.	(1)= 0,190		(2)= 0,287	(1)= 0,428		(2)= 0,527
Mehlich 1	Ao ar	0,44	0,47	0,46 a	0,72	0,81	0,77 a
	40 °C	0,53	0,53	0,53 a	0,73	0,87	0,80 a
	105 °C	0,63	0,45	0,54 a	0,82	1,00	0,91 a
	Média	0,54 A	0,48 A		0,76 B	0,89 A	
	d.m.s.	(1)= 0,086		(2)= 0,129	(1)= 0,110		(2)= 0,166
DTPA	Ao ar	0,80	1,06	0,93 b	1,16	1,85	1,51 c
	40 °C	0,96	1,31	1,14 a	1,42	2,17	1,79 b
	105 °C	1,00	1,43	1,22 a	1,79	2,53	2,16 a
	Média	0,92 B	1,27 A		1,46 B	2,18 A	
	d.m.s.	(1)= 0,107		(2)= 0,162	(1)= 0,090		(2)= 0,136

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 11: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Cobre no solo H0

Extrator	Temperatura	Horizonte Hd		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg		
HCl 0,1 N	Ao ar	1,46	2,44	1,95 ab
	40 °C	1,42	1,06	1,24 b
	105 °C	1,67	3,18	2,42 a
	Média	1,52 B	2,23 A	
	d.m.s.	(1)= 0,707	(2)= 1,066	
Mehlich 1	Ao ar	0,54	0,86	0,70 a
	40 °C	0,50	0,78	0,64 a
	105 °C	0,50	0,84	0,67 a
	Média	0,52 B	0,82 A	
	d.m.s.	(1)= 0,062	(2)= 0,094	
DTPA	Ao ar	2,99	4,41	3,70 a
	40 °C	2,34	3,38	2,86 b
	105 °C	1,99	3,37	2,68 b
	Média	2,44 B	3,72 A	
	d.m.s.	(1)= 0,254	(2)= 0,383	

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 12: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Cobre no solo PV2

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCL 0,1 N	Ao ar	2,98	3,05	3,01 a	2,77	1,92	2,35 a
	40 °C	2,89	2,67	2,78 a	2,74	2,75	2,74 a
	105 °C	3,25	3,13	3,19 a	3,18	2,85	3,02 a
	Média	3,04 A	2,95 A		2,90 A	2,51 A	
	d.m.s.	(1)= 0,611		(2)= 0,922	(1)= 0,577		(2)= 0,870
Mehlich 1	Ao ar	0,08	0,21	0,14 a	0,49	0,65	0,57 a
	40 °C	0,06	0,20	0,13 a	0,40	0,58	0,49 b
	105 °C	0,13	0,14	0,14 a	0,45	0,63	0,57 a
	Média	0,09 B	0,18 A		0,45 B	0,64 A	
	d.m.s.	(1)= 0,056		(2)= 0,085	(1)= 0,035		(2)= 0,053
DTPA	Ao ar	2,72	3,04	2,88 b	2,18	2,51	2,35 b
	40 °C	3,01	3,18	3,09 ab	2,01	2,18	2,10 c
	105 °C	3,34	3,53	3,44 a	2,44	2,72	2,58 a
	Média	3,02 A	3,25 A		2,21 B	2,47 A	
	d.m.s.	(1)= 0,245		(2)= 0,370	(1)= 0,114		(2)= 0,171

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

4.3.2. Ferro:

Pelos resultados dos teores extraídos de Fe, apresentados nas Tabelas 13 a 17, foi possível verificar diferenças de comportamento dos extratores. Em geral, os teores mais elevados foram obtidos com o DTPA e os mais baixos com o Mehlich 1. As exceções ocorreram no solo BV, onde o HCl 0,1N forneceu valores mais elevados (em ambos os horizontes) e no horizonte C do solo AQ, onde os três extratores forneceram valores semelhantes. No solo BV, com o extrator Mehlich 1, foram obtidos teores abaixo do limite de detecção do espectrofotômetro de absorção atômica, mesmo com expansão de escala, o que permite considerá-los como um teor praticamente nulo. Este fato provavelmente resulta da conjunção de dois aspectos: a menor capacidade extrativa do extrator Mehlich 1 e o pH elevado (próximo à neutralidade) do solo BV, como pode ser visto na Tabela 1.

O efeito da temperatura de secagem foi marcante em todos os solos e extratores, promovendo acréscimos nos teores de Fe disponível nas temperaturas mais elevadas em relação à secagem ao ar. Com a temperatura de 105 °C foram obtidos acréscimos percentuais que variaram de 12,3 a 2.460,5% (solo PV2, extrator Mehlich 1, horizonte A, secagem imediata). Os maiores acréscimos percentuais ocorreram nos solos HO e PV2, com os extratores ácidos, apresentando valores sempre superiores a 250,2%. A secagem

a 40 °C somente causou resultados significativamente mais elevados que a secagem ao ar no solo AQ (um caso em cada extrator), horizonte A do solo PV (extrator Mehlich 1) e solo HO (extrator HCl 0,1N), com aumentos percentuais que variaram de 6,1 a 138,8%. O DTPA foi o extrator cujos resultados foram menos afetados pela temperatura e, quando o foram, as alterações percentuais foram menos elevadas, embora em alguns casos tenham ocorrido acréscimos tão elevados quanto 320,3%.

Um efeito discrepante da secagem foi observado no solo HO e horizonte A do solo PV, ambos para o extrator DTPA, quando a secagem ao ar forneceu valores iguais ou mais elevados que os obtidos nas temperaturas de 40 e 105°C. Os acréscimos no teor de Fe disponível devido ao uso de temperaturas elevadas é uma ocorrência comum nos experimentos que testaram esse efeito (KHAN & SOLTANPOUR, 1978; THIEN et al., 1978; LEGGETT & ARGYLE, 1983; PAYNE & RECHCIGL, 1989; HAYNES & SWIFT, 1991 e RECHCIGL et al., 1992), em geral sendo creditado pelos autores à oxidação da M.O. e, portanto, os efeitos drásticos da temperatura já eram esperados. No entanto, a ocorrência de teores maiores na secagem em temperaturas mais elevadas não é uma regra absoluta, pois observando-se atentamente os resultados dos trabalhos citados, foi possível verificar ocorrência de redução nos teores extraídos nas amostras secas em temperaturas mais elevadas. No trabalho conduzido por THIEN

et al. (1978), o Fe extraído pelo DTPA foi igual na secagem ao ar e no forno de microondas (onde a temperatura atinge valores superiores a 150°C, segundo MILLER et al., 1974; GEE & DODSON, 1981 e YANG et al., 1991), num solo siltoso pobre em M.O..

Em PAYNE & REHCIGL (1989) e REHCIGL et al. (1992), o Fe extraído pelo Mehlich 1 também foi mais elevado na secagem ao ar que na secagem a 105 °C e no forno de microondas em dois solos arenosos e pobres em M.O.. Isto estaria de acordo com a extração de Fe pelo DTPA no horizonte A do solo PV (com 1,03% de M.O. e 59% de areia), embora nesse mesmo horizonte o extrator Mehlich 1 tenha se mostrado sensível às temperaturas elevada.

O outro solo em que o Fe extraído pelo DTPA foi mais elevado na secagem ao ar foi o solo muito rico em M.O. (solo HO), o que se opõe à concordância com os resultados dos pesquisadores já citados. No entanto, como a M.O. presente nesse solo pode ter uma composição e propriedades bem diferentes devido às particularidades de formação do solo HO (ambiente anaeróbico), é provável que o fato de a secagem ao ar apresentar teores de Fe disponível mais elevados que nas altas temperaturas, contrariamente ao que normalmente ocorre, seja resultante da interação de fatores como a química do elemento, o modo de ação do extrator e o teor e natureza do material orgânico presente no solo.

Resumindo, não é válida a generalização de que temperaturas elevadas sempre causam acréscimos na extração de Fe disponível, pois não são raros os casos em que ocorre o efeito inverso e, como este ocorre em solos com características contrastantes, não é possível, com os conhecimentos atuais, prever qual será o efeito que ocorrerá num determinado solo.

O armazenamento das amostras úmidas também foi uma fonte de alteração nos resultados de Fe disponível em todos os solos e extratores, mas não houve um comportamento padrão que permitisse especular as causas do fenômeno. Quando ocorreram acréscimos significativos nas amostras armazenadas, as variações percentuais em relação às amostras secas imediatamente foram de 10,6 a 636,8%. Os acréscimos proporcionalmente mais elevados foram observados no solo PV2, com o extrator Mehlich 1.

Quando ocorreram reduções significativas devidas ao armazenamento, elas foram em percentuais que oscilaram entre 4,7 e 60,9%. Pode-se dizer que o solo HO foi o único onde o armazenamento ou não causou variações ou estas foram no sentido de aumentar os teores disponíveis. Da mesma forma, observou-se que o solo BV foi o único onde as alterações significativas ocorreram sempre no sentido de redução dos teores de Fe disponível com o armazenamento das amostras.

Essas alterações imprevisíveis devidas ao armazenamento podem ser resultantes da interação entre as condições de armazenamento, o modo de ação do extrator e o tipo de solo, pois SHUMAN (1980) demonstrou que a extração de Fe pelo DTPA foi alterada diferentemente em cada solo, com o armazenamento das amostras sob diferentes condições de umidade e temperatura.

Em vista desses resultados, pode-se dizer que diferentes formas de pré-tratamento das amostras, tendo como variáveis a temperatura de secagem, o armazenamento ou não das amostras úmidas e as condições deste armazenamento, causam alterações imprevisíveis na extração de Fe disponível, pois elas dependem do tipo de solo e extrator utilizado.

Tabela 13: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Ferro no solo BV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	217,41	205,07	207,41 b	289,85 Ab	241,91 Ba	265,88
	40 °C	217,94	196,89	211,24 b	284,99 Ab	252,36 Ba	268,68
	105 °C	253,17	212,17	232,67 a	374,50 Aa	279,67 Ba	327,08
	Média	229,50 A	204,71 B		316,45	257,98	
	d.m.s.	(1)= 11,767		(2)= 17,752	(1)= 31,231		(2)= 38,469
Mehlich 1	Ao ar	0,71	0,00	0,32	0,73	0,05	0,36
	40 °C	1,05	0,00	0,45	0,00	0,00	0,00
	105 °C	1,11	0,00	0,48	0,05	0,45	0,24
	Média	0,95	0,00		0,23	0,15	
Mehlich 1 (transformado)	Ao ar	1,10	0,71	0,90 a	1,11	0,74	0,93 a
	40 °C	1,24	0,71	0,98 a	0,71	0,71	0,71 a
	105 °C	1,27	0,71	0,99 a	0,74	0,97	0,86 a
	Média	1,20 A	0,71 B		0,85 A	0,81 A	
	d.m.s.	(1)= 0,193		(2)= 0,291	(1)= 0,246		(2)= 0,372
DTPA	Ao ar	40,59	39,90	40,25 b	30,74	24,51	27,63 b
	40 °C	40,34	43,29	41,81 b	31,06	25,86	28,46 b
	105 °C	57,53	52,67	55,10 a	45,73	37,90	41,82 a
	Média	46,15 A	45,29 A		35,85 A	29,42 B	
	d.m.s.	(1)= 2,671		(2)= 4,030	(1)= 1,760		(2)= 2,655

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 14: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Ferro no solo AQ

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte C		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	14,08	14,53	14,31 c	17,94 Ab	17,72 Ac	17,83
	40 °C	16,56	16,17	16,36 b	18,89 Bb	23,01 Ab	20,95
	105 °C	22,83	25,00	23,92 a	27,00 Ba	45,67 Aa	36,33
	Média	17,82 A	18,57 A		21,27	28,80	
	d.m.s.	(1)= 1,238		(2)= 1,868	(1)= 2,451		(2)= 3,019
Mehlich 1	Ao ar	11,14	7,39	9,26 b	42,37 Ab	16,54 Bc	29,45
	40 °C	12,69	8,77	10,73 b	43,85 Ab	21,09 Bb	32,47
	105 °C	18,93	13,00	15,97 a	66,27 Aa	33,70 Ba	49,98
	Média	14,25 A	9,72 B		50,83	23,78	
	d.m.s.	(1)= 0,985		(2)= 1,486	(1)= 3,489		(2)= 4,298
DTPA	Ao ar	19,04	19,11	19,08 b	21,43	21,08	21,25 c
	40 °C	20,05	20,88	20,46 b	23,22	21,87	22,54 b
	105 °C	24,03	25,93	24,98 a	28,90	27,13	28,02 a
	Média	21,04 A	21,98 A		24,52 A	23,36 B	
	d.m.s.	(1)= 1,203		(2)= 1,815	(1)= 0,726		(2)= 1,095

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 15: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Ferro no solo PV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	37,52	34,36	35,94 b	17,04 Ab	15,63 Ab	16,33
	40 °C	40,79	36,16	38,48 b	19,45 Ab	16,85 Ab	18,15
	105 °C	69,50	66,50	68,00 a	44,50 Aa	35,50 Ba	40,00
	Média	49,27 A	45,67 B		26,99	22,66	
	d.m.s.	(1)= 2,574		(2)= 3,883	(1)= 2,753		(2)= 3,391
Mehlich 1	Ao ar	18,78	20,48	19,63 c	5,04 Ab	5,17 Ab	5,10
	40 °C	21,90	22,92	22,41 b	6,28 Ab	5,91 Ab	6,09
	105 °C	40,27	39,30	39,78 a	22,27 Aa	17,67 Ba	19,97
	Média	26,98 A	27,57 A		11,19	9,58	
	d.m.s.	(1)= 1,813		(2)= 2,734	(1)= 2,501		(2)= 3,081
DTPA	Ao ar	125,62	133,07	129,34 a	14,36	18,16	16,26 b
	40 °C	131,22	130,94	131,08 a	18,91	18,66	18,78 b
	105 °C	100,53	101,07	100,80 b	29,40	32,47	30,93 a
	Média	119,12 A	121,69 A		20,89 B	23,10 A	
	d.m.s.	(1)= 4,238		(2)= 6,393	(1)= 1,918		(2)= 2,894

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 16: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Ferro no solo HO

Extrator	Temperatura	Horizonte Hd		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg		
HCl 0,1 N	Ao ar	9,71 Ac	10,11 Ac	9,91
	40 °C	18,59 Ab	24,14 Ab	21,36
	105 °C	94,00 Ba	111,17 Aa	102,58
	Média	40,77	48,47	
	d.m.s.	(1)= 7,126		(2)= 8,778
Mehlich 1	Ao ar	1,94 Ab	3,35 Ab	2,65
	40 °C	4,37 Ab	6,48 Ab	5,43
	105 °C	31,80 Ba	41,47 Aa	36,63
	Média	12,70	17,10	
	d.m.s.	(1)= 3,084		(2)= 3,798
DTPA	Ao ar	115,93 Ba	147,85 Aa	131,89
	40 °C	89,26 Bb	133,81 Ab	111,54
	105 °C	95,33 Bb	156,20 Aa	125,77
	Média	100,18	145,95	
	d.m.s.	(1)= 6,918		(2)= 8,521

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 17: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Ferro no solo PV2

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCL 0,1 N	Ao ar	29,07	39,38	34,22 b	18,71 Ab	21,62 Ab	20,16
	40 °C	29,70	44,16	36,93 b	20,02 Bb	23,78 Ab	21,90
	105 °C	112,83	126,83	119,83 a	87,00 Aa	77,17 Ba	82,08
	Média	57,20 B	70,12 A		41,91	40,86	
	d.m.s.	(1)= 5,109	(2)= 7,707		(1)= 3,406	(2)= 4,196	
Mehlich 1	Ao ar	0,38 Bb	2,80 Ab	1,58	0,85 Bb	4,15 Ab	2,50
	40 °C	0,44 Bb	3,22 Ab	1,83	0,57 Bb	2,98 Ab	1,78
	105 °C	9,73 Ba	18,10 Aa	13,92	13,53 Ba	20,40 Aa	16,97
	Média	3,52	8,04		4,98	9,18	
	d.m.s.	(1)= 1,267	(2)= 1,560		(1)= 2,260	(2)= 2,784	
DTPA	Ao ar	131,26	119,74	125,50 a	26,58 Ab	35,11 Ab	30,84
	40 °C	135,78	122,38	129,08 a	29,57 Ab	33,59 Ab	31,58
	105 °C	133,07	122,27	127,67 a	102,67 Ba	147,57 Aa	125,12
	Média	133,37 A	121,46 B		52,94	72,09	
	d.m.s.	(1)= 6,382	(2)= 9,628		(1)= 8,784	(2)= 10,820	

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

4.3.3. Manganês:

Os resultados da extração de Mn estão relacionados nas Tabelas 18 a 22, onde se observa que não houve, em geral, concordância dos resultados dos três extratores, a não ser no solo HO, onde foram obtidos os menores teores de Mn disponível entre todos os solos. Com exceção do solo BV e HO, foi marcante, nos demais, a diferença nos teores de Mn disponível entre o horizonte A e horizontes subsuperficiais.

O efeito da temperatura de secagem ocorreu em todos os solos e extratores. Os únicos casos onde não houve efeito significativo das temperaturas elevadas ocorreram no horizonte Bt do solo PV e no solo HO, com resultados dos extratores HCl 0,1N e DTPA. Na maioria dos casos, a secagem ao ar e a 40°C forneceram valores estatisticamente iguais, sendo as exceções observadas no solo BV e horizonte A dos solos PV e PV2, principalmente com o extrator Mehlich 1 e, num dos casos, com o HCl 0,1N. Nestas exceções, os acréscimos devidos ao uso da temperatura de 40 °C variaram de 14,5 a 51,5% em relação à secagem ao ar. Portanto, foi a temperatura de 105 °C a causadora dos principais acréscimos nos teores de Mn disponível, os quais variaram de 54,3 a 523,4% em relação à secagem ao ar.

Também foram observadas ocorrências de redução nos teores extraídos nas temperaturas mais elevadas, como no horizonte Bt do solo PV (Mehlich 1), no

qual o teor a 40 °C foi inferior ao da secagem ao ar e a 105 °C e no solo HO (Mehlich 1), no qual a secagem a 105 °C forneceu valores mais baixos que a secagem ao ar ou a 40°C.

Os resultados dos estudos que testaram o efeito da temperatura de secagem sobre a extração de Mn são, em geral, concordantes com os resultados obtidos no presente estudo, isto é, os maiores acréscimos ocorreram nas temperaturas elevadas e pouca diferença foi observada quando foram usadas temperaturas de até 50 a 60 °C (KHAN & SOLTANPOUR, 1978; THIEN et al., 1978; MOLLOY & LOCKMAN, 1979; LEGGETT & ARGYLE, 1983; BERNDT, 1988; PAYNE & RECHCIGL, 1989; HAYNES & SWIFT, 1991; MIYAZAWA et al., 1991; RECHCIGL et al., 1992 e MIYAZAWA et al., 1993).

A proporção de acréscimo, entretanto, variou conforme o tipo de solo e o extrator utilizado. Foi possível constatar, também, que há uma menor influência da temperatura de secagem quando os teores extraídos são muito baixos, semelhante ao ocorrido, no presente estudo, com o solo HO (PAYNE & RECHCIGL, 1989 e RECHCIGL et al., 1992).

Semelhante ao já relatado para o Cu e Fe, os efeitos do armazenamento foram variáveis. Quando os teores foram significativamente mais elevados nas amostras armazenadas antes da secagem, ocorreram acréscimos proporcionais de 8,6 a 100,4%. Nos casos em que ocorreram reduções significativas, estas variaram de 14,1 a 57,2%, o que significa que, em alguns casos, o armazenamento dobrou

os teores de Mn disponível e em outros reduziu pela metade em relação às amostras secas imediatamente.

O solo BV foi o único onde ou não houve alterações ou estas foram no sentido de redução nos teores extraídos nas amostras armazenadas, o que dependeu da temperatura de secagem. Com a secagem ao ar e a 40 °C, os resultados foram os mesmos nas amostras armazenadas ou não (exceto no horizonte Bt, extrator DTPA, onde houve redução também na secagem a 40°C). Também se observou interação significativa entre a secagem e o armazenamento no solo AQ (sem o mesmo comportamento padrão observado no solo BV), horizonte A do solo PV (extrator DTPA, também ocorrendo reduções apenas na secagem a 105 °C) e horizonte Bt do solo PV2 (extrator HCl 0,1N, com redução em todas as temperaturas de secagem).

No solo HO o armazenamento causou reduções no Mn disponível em todos os três extratores, sendo que, no extrator HCl 0,1N e no DTPA, os teores nas amostras armazenadas foi cerca de metade daqueles obtidos nas amostras secas imediatamente.

Esses efeitos variáveis do armazenamento foram observados em vários trabalhos (KHAN & SOLTANPOUR, 1978; SHUMAN, 1980 e BERNDT, 1988). Conclui-se, assim, que o efeito do armazenamento antes da secagem é imprevisível, pois depende do tipo de solo, do extrator, das condições durante o armazenamento e da forma de secagem do solo.

Tabela 18: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Manganês no solo BV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCl 0,1 N	Ao ar	133,74 Ab	111,50 Ab	122,62	83,24 Ab	80,06 Ab	81,65
	40 °C	133,69 Ab	127,45 Ab	130,57	102,23 Ab	89,91 Ab	96,07
	105 °C	285,83 Aa	229,67 Ba	257,75	287,67 Aa	179,67 Ba	233,67
	Média	184,42	156,20		157,71	116,55	
	d.m.s.	(1)= 24,729		(2)= 30,459	(1)= 37,203		(2)= 45,825
Mehlich 1	Ao ar	11,49 Ac	13,33 Ab	12,41	10,01 Ac	15,55 Ab	10,78
	40 °C	17,41 Ab	16,71 Ab	17,06	15,01 Ab	13,94 Ab	14,48
	105 °C	66,73 Aa	49,83 Ba	58,28	62,40 Aa	47,20 Ba	54,80
	Média	31,88	26,62		29,14	24,23	
	d.m.s.	(1)= 3,923		(2)= 4,832	(1)= 4,018		(2)= 4,949
DTPA	Ao ar	22,41 Ab	21,59 Ab	22,00	20,52 Ab	19,13 Ab	19,83
	40 °C	23,34 Ab	23,31 Ab	23,33	21,36 Ab	18,35 Bb	19,86
	105 °C	67,13 Aa	44,10 Ba	55,62	52,13 Aa	33,17 Ba	42,65
	Média	37,63	29,66		31,34	23,55	
	d.m.s.	(1)= 2,537		(2)= 3,125	(1)= 2,730		(2)= 3,362

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 19: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Manganês no solo AQ

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte C		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCl 0,1 N	Ao ar	6,20 Ab	8,02 Ab	7,11	1,51 Ab	1,50 Ab	1,51
	40 °C	6,19 Bb	10,67 Ab	8,43	1,00 Ab	1,50 Ab	1,25
	105 °C	14,67 Ba	23,33 Aa	19,00	2,33 Ba	4,67 Aa	3,50
	Média	9,02	14,01		1,61	2,56	
	d.m.s.	(1)= 2,388		(2)= 2,942	(1)= 0,954		(2)= 1,175
Mehlich 1	Ao ar	15,19	7,69	11,44 b	6,94 Ab	2,97 Bb	4,96
	40 °C	16,74	8,87	12,80 b	6,95 Ab	3,70 Bb	5,33
	105 °C	32,07	23,73	27,90 a	13,43 Aa	8,67 Ba	11,05
	Média	21,33 A	13,43 B		9,11	5,11	
	d.m.s.	(1)= 1,112		(2)= 1,678	(1)= 0,838		(2)= 1,033
DTPA	Ao ar	3,42 Ab	2,94 Ab	3,18	0,60 Ab	0,27 Bb	0,44
	40 °C	3,31 Ab	2,80 Ab	3,05	0,50 Ab	0,33 Ab	0,42
	105 °C	7,37 Ba	9,77 Aa	8,57	1,10 Aa	1,30 Aa	1,20
	Média	4,70	5,17		0,74	0,63	
	d.m.s.	(1)= 0,792		(2)= 0,976	(1)= 0,208		(2)= 0,256

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 20: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Manganês no solo PV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCl 0,1 N	Ao ar	15,07	10,39	12,73 b	5,40	2,55	3,97 a
	40 °C	15,54	12,22	13,88 b	5,03	2,36	3,69 a
	105 °C	42,17	36,67	39,42 a	5,17	2,50	3,83 a
	Média	24,26 A	19,76 B		5,20 A	2,47 B	
	d.m.s.	(1)= 1,625		(2)= 2,451	(1)= 0,562		(2)= 0,848
Mehlich 1	Ao ar	12,69	12,87	12,78 c	3,38	3,81	3,60 ab
	40 °C	15,33	14,99	15,16 b	3,39	3,27	3,33 b
	105 °C	36,23	36,23	36,32 a	4,10	3,87	3,98 a
	Média	21,47 A	21,36 A		3,62 A	3,65 A	
	d.m.s.	(1)= 1,280		(2)= 1,932	(1)= 0,416		(2)= 0,628
DTPA	Ao ar	10,20 Ab	10,63 Ab	10,42	2,26	3,16	2,71 a
	40 °C	11,43 Ab	10,84 Ab	11,14	1,94	2,94	2,44 a
	105 °C	22,70 Aa	17,73 Ba	20,22	2,37	3,00	2,68 a
	Média	14,78	13,07		2,19 B	3,03 A	
	d.m.s.	(1)= 1,285		(2)= 1,583	(1)= 0,266		(2)= 0,402

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 21: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Manganês no solo H0

Extrator	Temperatura	Horizonte Hd		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg		
HCl 0,1 N	Ao ar	1,12	0,58	0,85 a
	40 °C	1,39	0,72	1,06 a
	105 °C	1,33	0,50	0,92 a
	Média	1,28 A	0,60 B	
	d.m.s.	(1)= 0,194	(2)= 0,293	
Mehlich 1	Ao ar	1,12	0,94	1,03 a
	40 °C	1,11	0,73	0,92 a
	105 °C	0,73	0,53	0,63 b
	Média	0,99 A	0,73 B	
	d.m.s.	(1)= 0,120	(2)= 0,180	
DTPA	Ao ar	0,82	0,23	0,52 a
	40 °C	0,62	0,29	0,46 a
	105 °C	0,73	0,47	0,60 a
	Média	0,72 A	0,33 B	
	d.m.s.	(1)= 0,108	(2)= 0,163	

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 22: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Manganês no solo PV2

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCl 0,1 N	Ao ar	8,38	9,03	8,71 c	1,87 Ab	1,18 Bb	1,53
	40 °C	10,13	9,81	9,97 b	1,85 Ab	0,84 Bb	1,34
	105 °C	18,00	18,50	18,25 a	4,83 Aa	3,17 Ba	4,00
	Média	12,17 A	12,45 A		2,85	1,73	
	d.m.s.	(1)= 0,753		(2)= 1,136	(1)= 0,547		(2)= 0,674
Mehlich 1	Ao ar	4,41	5,18	4,80 c	1,43	1,69	1,56 b
	40 °C	5,90	7,25	6,58 b	1,31	1,81	1,56 b
	105 °C	14,30	15,60	14,95 a	4,40	4,80	4,60 a
	Média	8,20 B	9,34 A		2,38 B	2,77 A	
	d.m.s.	(1)= 0,279		(2)= 0,421	(1)= 0,129		(2)= 0,195
DTPA	Ao ar	3,70	4,30	4,00 b	1,09	1,32	1,20 b
	40 °C	4,69	5,01	4,85 b	1,18	1,34	1,26 b
	105 °C	9,73	11,13	10,43 a	3,30	3,40	3,35 a
	Média	6,04 B	6,81 A		1,86 B	2,02 A	
	d.m.s.	(1)= 0,583		(2)= 0,880	(1)= 0,108		(2)= 0,163

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

4.3.4. Zinco:

As Tabelas 23 a 27 contêm os teores de Zn disponível em cada solo e horizonte. No geral, observou-se que o extrator HCl 0,1N foi o que forneceu os valores mais elevados e o Mehlich 1 os mais baixos.

O Zn foi o único micronutriente que em alguns solos não se observou efeito significativo da temperatura de secagem em nenhum dos extratores. Isto ocorreu no solo PV (em ambos os horizontes) e no solo AQ (onde somente com o extrator Mehlich 1 houve acréscimos com a secagem a 40 e 105 °C, de 18,6 e 25,6%, respectivamente, em relação à secagem ao ar). A temperatura de 40°C causou acréscimos significativos apenas com extratores ácidos, no solo BV, AQ e PV2, que, percentualmente, variaram de 15,5 a 37,1%. A temperatura de 105 °C causou acréscimos significativos que variaram de 14,8 a 211,5%. Somente no solo HO foram observados casos de redução nos teores extraídos com o uso de temperaturas elevadas. Com o extrator Mehlich 1, por exemplo, os teores a 105 °C equivaleram à metade da secagem ao ar e com o extrator HCl 0,1N houve uma redução de 37,3%.

Estes efeitos variáveis da temperatura são comuns nos trabalhos consultados. KHAN & SOLTANPOUR (1978), LEGGETT & ARGYLE (1983) e HAYNES & SWIFT (1991) relataram apenas acréscimos nos teores extraídos devido ao uso da secagem a 105 °C. Já MOLLOY & LOCKMAN (1979) não observaram

qualquer diferença entre a secagem ao ar e temperaturas que variaram de 40 a 200 °C. Em RECHCIGL et al. (1992) não houve diferença entre a secagem ao ar e a 105 °C em 3 dos 6 solos analisados e THIEN et al. (1978), HOMMA (1986) e PAYNE & RECHCIGL (1989) observaram casos em que os teores de Zn disponível foram menores na secagem em temperaturas elevadas do que ao ar (não houve nenhuma coincidência de características entre os solos nos quais foi observado tal efeito, não havendo, portanto, uma explicação para o fenômeno).

Novamente o efeito do armazenamento antes da secagem foi variável entre os solos e extratores. Também como foi observado para os elementos anteriores, o solo BV foi o único onde não houve alterações ou estas foram no sentido de redução dos teores nas amostras armazenadas. O mesmo pode ser dito, no caso do Zn, para o solo PV. Os acréscimos significativos variaram de 8,6 a 208,8%, sendo os maiores valores observados no solo AQ. Quando ocorreram reduções, os valores percentuais variaram de 13,1 a 58,3% (isto é, há casos em que foi extraído metade do Zn em relação às amostras não armazenadas).

Os trabalhos que estudaram o efeito do armazenamento de amostras úmidas corroboram estes resultados variáveis (KHAN & SOLTANPOUR, 1978; SHUMAN, 1980 e LEGGETT & ARGYLE, 1983). O experimento de SHUMAN (1980) demonstrou alguns parâmetros que podem explicar esta

variabilidade pois verificaram que as condições de umidade e temperatura durante o armazenamento tiveram diferentes influências dependendo do tipo de solo.

Portanto, verificou-se na extração de Zn disponível que ocorreram efeitos tanto da temperatura quanto do armazenamento, os quais não apresentaram um padrão consistente, podendo-se afirmar que, também para este elemento, as conseqüências do pré-tratamento das amostras são imprevisíveis.

Tabela 23: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Zinco no solo BV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCL 0,1 N	Ao ar	6,08 Ab	5,58 Aa	5,83	5,41	3,72	4,57 a
	40 °C	6,47 Aab	5,56 Ba	6,02	5,44	3,64	4,54 a
	105 °C	6,98 Aa	5,50 Ba	6,24	6,53	3,90	5,22 a
	Média	6,51	5,54		5,80 A	3,76 B	
	d.m.s.	(1)= 0,536		(2)= 0,660	(1)= 0,541		(2)= 0,816
Mehlich 1	Ao ar	1,02	0,88	0,95 a	0,84 Ac	0,80 Ab	0,82
	40 °C	1,74	0,87	1,31 a	0,97 Ab	0,76 Bb	0,87
	105 °C	1,31	1,02	1,17 a	1,15 Aa	0,95 Ba	1,05
	Média	1,36 A	0,92 A		0,99	0,84	
	d.m.s.	(1)= 0,472		(2)= 0,712	(1)= 0,090		(2)= 0,111
DTPA	Ao ar	2,09	1,93	2,01 b	1,53	1,14	1,34 a
	40 °C	2,14	2,11	2,13 b	1,66	1,17	1,42 a
	105 °C	2,43	2,28	2,35 a	1,56	1,36	1,46 a
	Média	2,22 A	1,93 B		1,59 A	1,22 B	
	d.m.s.	(1)= 0,100		(2)= 0,151	(1)= 0,105		(2)= 0,158

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 24: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Zinco no solo AQ

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte C		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
..... mg/kg							
HCL 0,1 N	Ao ar	0,86	1,84	1,35 a	0,49	1,45	0,97 a
	40 °C	0,72	1,83	1,28 a	0,62	1,95	1,28 a
	105 °C	0,80	1,97	1,38 a	0,62	1,88	1,25 a
	Média	0,79 B	1,88 A		0,57 B	1,76 A	
	d.m.s.	(1)= 0,237		(2)= 0,358	(1)= 0,225		(2)= 0,340
Mehlich 1	Ao ar	0,49	0,37	0,43 b	0,11	0,06	0,08 a
	40 °C	0,59	0,43	0,51 a	0,13	0,06	0,10 a
	105 °C	0,64	0,45	0,54 a	0,12	0,03	0,08 a
	Média	0,56 A	0,42 B		0,12 A	0,05 B	
	d.m.s.	(1)= 0,047		(2)= 0,071	(1)= 0,020		(2)= 0,030
DTPA	Ao ar	0,41	0,40	0,40 a	0,22	0,19	0,21 a
	40 °C	0,47	0,50	0,49 a	0,23	0,20	0,22 a
	105 °C	0,52	0,73	0,62 a	0,21	0,21	0,21 a
	Média	0,47 A	0,54 A		0,22 A	0,20 A	
	d.m.s.	(1)= 0,191		(2)= 0,289	(1)= 0,033		(2)= 0,050

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 25: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Zinco no solo PV

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCL 0,1 N	Ao ar	1,19	0,70	0,95 a	4,96	3,26	4,11 a
	40 °C	0,73	0,84	0,79 a	5,45	2,38	3,91 a
	105 °C	1,47	0,82	1,14 a	4,42	2,38	3,40 a
	Média	1,13 A	0,79 A		4,94 A	2,67 B	
	d.m.s.	(1)= 0,388		(2)= 0,586	(1)= 0,765		(2)= 1,154
Mehlich 1	Ao ar	0,85	0,84	0,85 a	3,81	2,86	3,33 a
	40 °C	0,85	0,91	0,88 a	3,08	3,20	3,14 a
	105 °C	0,83	0,92	0,88 a	3,05	2,30	2,68 a
	Média	0,85 A	0,89 A		3,32 A	2,79 A	
	d.m.s.	(1)= 0,054		(2)= 0,081	(1)= 0,667		(2)= 1,006
DTPA	Ao ar	1,01	0,86	0,94 a	3,41	2,66	3,04 a
	40 °C	1,05	0,84	0,94 a	3,07	3,18	3,13 a
	105 °C	0,92	0,80	0,86 a	2,83	2,46	2,64 a
	Média	0,99 A	0,83 B		3,10 A	2,77 A	
	d.m.s.	(1)= 0,082		(2)= 0,123	(1)= 0,635		(2)= 0,959

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 26: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Zinco no solo H0

Extrator	Temperatura	Horizonte Hd		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg		
HCl 0,1 N	Ao ar	31,66	29,57	30,61 a
	40 °C	22,54	23,16	22,85 b
	105 °C	19,83	18,37	19,10 b
	Média	24,68 A	23,70 A	
	d.m.s.	(1)= 4,371	(2)= 6,595	
Mehlich 1	Ao ar	18,04	10,68	14,36 ab
	40 °C	17,60	12,57	15,08 a
	105 °C	7,04	8,67	7,85 b
	Média	14,22 A	10,64 A	
	d.m.s.	(1)= 4,762	(2)= 7,184	
DTPA	Ao ar	13,44	14,25	13,84 a
	40 °C	8,57	13,48	11,03 a
	105 °C	7,55	12,73	10,14 a
	Média	9,85 B	13,49 A	
	d.m.s.	(1)= 2,672	(2)= 4,032	

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

Tabela 27: Efeito dos tratamentos sobre os teores disponíveis de Zinco no solo PV2

Extrator	Temperatura	Horizonte A			Horizonte Bt		
		Imediato	Armaz. 7 dias	Média	Imediato	Armaz. 7 dias	Média
		 mg/kg					
HCl 0,1 N	Ao ar	8,38	9,03	8,71 c	1,87 Ab	1,18 Bb	1,53
	40 °C	10,13	9,81	9,97 b	1,85 Ab	0,84 Bb	1,34
	105 °C	18,00	18,50	18,25 a	4,83 Aa	3,17 Ba	4,00
	Média	12,17 A	12,45 A		2,85	1,73	
	d.m.s.	(1)= 0,753		(2)= 1,136	(1)= 0,547		(2)= 0,674
Mehlich 1	Ao ar	4,41	5,18	4,80 c	1,43	1,69	1,56 b
	40 °C	5,90	7,25	6,58 b	1,31	1,81	1,56 b
	105 °C	14,30	15,60	14,95 a	4,40	4,80	4,60 a
	Média	8,20 B	9,34 A		2,38 B	2,77 A	
	d.m.s.	(1)= 0,279		(2)= 0,421	(1)= 0,129		(2)= 0,195
DTPA	Ao ar	3,70	4,30	4,00 b	1,09	1,32	1,20 b
	40 °C	4,69	5,01	4,85 b	1,18	1,34	1,26 b
	105 °C	9,73	11,13	10,43 a	3,30	3,40	3,35 a
	Média	6,04 B	6,81 A		1,86 B	2,02 A	
	d.m.s.	(1)= 0,583		(2)= 0,880	(1)= 0,108		(2)= 0,163

Obs.: Médias seguidas pelas mesmas letras (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) não diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. As letras d.m.s. significam a diferença mínima significativa (ao nível de 5% de probabilidade) para o efeito de (1) época e (2) temperatura.

4.4. Discussão geral:

Como foi dito na introdução deste trabalho, um de seus objetivos específicos foi simular as condições a que estão sujeitas as amostras nos laboratórios de análise de solos de rotina. Assim, optou-se pelos tratamentos de secagem ao ar e a 40°C (como é recomendado nos manuais de análise de solo) além da temperatura de 105°C, pois apesar desta última não ser recomendada, pode ocorrer que, por questão de pressa, o laboratório ou o interessado na análise optem por uma secagem mais rápida. O autor tem conhecimento de que alguns laboratórios têm utilizado o forno de microondas na secagem de amostras e, como responsável técnico por um laboratório, algumas vezes recebeu produtores rurais que disseram ter usado o mesmo equipamento para entregar a amostra já seca.

Da mesma forma, o trabalho de MOLLOY & LOCKMAN (1979) foi motivado por um levantamento feito pelos autores em vários laboratórios dos Estados Unidos, constatando que muitas vezes as amostras já são entregues aos laboratórios com tratamentos inadequados feitos pelos produtores ou técnicos de extensão. O tratamento de armazenagem da amostra com a umidade em que foi coletada, por uma semana, visou simular os casos em que a amostra é enviada pelo correio ou permanece assim no laboratório até que a análise possa ser processada.

Desta forma, e tendo em vista os resultados aqui obtidos, pode-se dizer que de uma mesma amostra (teoricamente com as mesmas condições de disponibilidade de micronutrientes) podem ser obtidos resultados diferentes se ela for submetida a diferentes condições antes e durante a secagem.

Na literatura consultada ainda foi possível verificar-se que o tempo transcorrido entre a secagem e a análise também pode ser outra fonte de alteração. A magnitude e a direção (acréscimo ou redução) da influência do pré-tratamento sobre os teores extraídos seriam imprevisíveis pois dependem do elemento analisado, do extrator, do tipo de solo, do tempo transcorrido entre a amostragem e a secagem, das condições de umidade do solo anteriores e no momento da coleta, da temperatura durante o armazenamento, da forma de secagem, do tempo transcorrido entre a secagem e a análise, além de interações entre estes fatores.

É provável que parte destes resultados imprevisíveis sejam explicados pelo estudo minucioso de todas as modificações impostas à amostra pelo pré-tratamento, na parte microbiológica, física e química, pois o solo é um ambiente complexo onde muitas características e propriedades são interdependentes. Por exemplo, sabendo-se que a secagem causa maior liberação de fósforo e que os micronutrientes catiônicos podem reagir

com o fosfato, formando compostos insolúveis, é razoável imaginar que a maior ou menor liberação desse elemento (P), variando de solo para solo, possa influenciar a quantidade extraída de micronutrientes. Uma evidência deste efeito foi encontrada por BUZETTI(1984), que verificou alterações nos teores disponíveis de zinco em função de diferentes doses aplicadas de N, P, K e outros nutrientes em dois tipos de solos.

Como foram observadas alterações numericamente expressivas, é natural que se questione até que ponto estas alterações interfeririam na interpretação dos resultados. Como já mencionado anteriormente, não foi objetivo deste trabalho avaliar os extratores como instrumentos preditivos, mesmo porque não há consenso sobre as metodologias de extração de micronutrientes nem sobre a classificação dos resultados analíticos. Para cada nutriente e extrator pode-se encontrar, na literatura, uma larga variação para as classes de interpretação ou limites críticos (LANDON, 1984 e RAIJ & BATAGLIA, 1991).

Assim, a questão da interferência do pré-tratamento na interpretação dos resultados torna-se secundária, surgindo a questão mais abrangente, que é se esta discordância de índices interpretativos não poderia ser uma consequência da falta de padronização nos procedimentos de preparo das amostras.

5. CONCLUSÕES:

Os resultados obtidos permitem concluir que:

- o pré-tratamento das amostras de solo, tendo como variáveis a temperatura de secagem e o armazenamento ou não das amostras úmidas, foi uma fonte de alterações significativas nos teores extraídos de Cu, Fe, Mn e Zn, uma vez que estas ocorreram em todos os solos e extratores;

- os resultados experimentais obtidos com um determinado procedimento de preparo das amostras não serão comparáveis, em termos agronômicos, com resultados obtidos quando forem utilizados procedimentos diferentes;

- o uso da análise química do solo como instrumento para a previsão da disponibilidade desses elementos para as plantas pode ser prejudicado se não houver padronização no preparo das amostras;

- é necessário uma urgente e rigorosa padronização de procedimentos, tanto na pesquisa quanto nas análises de rotina.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARROW, N. J. & SHAW, T. C. Effect of drying soil on the measurement of phosphate adsorption. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **11**:347-53, 1980
- BARTLETT, R. & JAMES, B. Studying dried, stored soil samples: some pitfalls. *Soil Science Society of America Journal*, Madison, **44**: 721-4, 1980.
- BERNDT, G. F. Effect of drying and storage conditions upon extractable soil manganese. *Journal of Science Food and Agriculture*, Barking, **45**: 119-30, 1988.
- BIRCH, H. F. The effect of soil drying on humus decomposition and nitrogen availability. *Plant and Soil*, The Hague, **10**: 9-31, 1958
- BOER, G. L. & REISENAUER, H. M. DTPA as an extractant of available soil iron. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **4**: 121-8, 1973

- BREIMMER, T. & SLANGEN, J. H. G. Pretreatment of soil samples before NO_3^- analysis. *Netherlands Journal of Agricultural Science*, Wageningen, **29**: 15-22, 1981.
- BÜLL, L. T. & ROSOLEN, C. A., ed. *Interpretação de análise química de solo e planta para fins de adubação*. Botucatu, FEPAF, 1989. 360 p.
- BUZETTI, S. Efeito do N, P e K na disponibilidade do Zn no solo e concentração na parte aérea de plantas de feijoeiro. Piracicaba, 1984. 105 p. (Dissertação de Mestrado)
- CAMARGO, O. A. Micronutrientes no solo. In: BORKERT, C. M., ed. *Enxofre e micronutrientes na agricultura brasileira*. Londrina, EMBRAPA/CNPSo; IAPAR; SBSCS, 1988. p. 103-117
- CAMARGO, O. A.; VALADARES, J. M. A. S.; DECHEN, A. R. Efeitos do pH e da incubação na extração do manganês, zinco, cobre e ferro do solo. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Campinas, **6**: 83-8, 1982.
- CANTARELLA, H. Matéria orgânica e nitrogênio do solo. In: BÜLL, L. T. & ROSOLEN, C. A., ed. *Interpretação de análise química do solo e planta para fins de adubação*. Botucatu, FEPAF, 1989. p. 38-74

- CATANI, R. A. & JACINTHO, A. O. *Avaliação da fertilidade do solo* (métodos de análise). Piracicaba, Agronômica Ceres, 1975. 57p.
- CHAPMAN, H. D. & PRATT, P. F. *Métodos de analisis para suelos, plantas y aguas*. Ciudad del México, Ed. Trillas, 1973. 195 p.
- CHITOLINA, J. C.; GLÓRIA, N. A.; BOARETTO, A. E.; CURI, P. R. Influência da secagem, armazenamento e embalagem nos resultados da análise química da terra para fins de fertilidade. *Anais da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"*, Piracicaba, **46**(pt.2): 343-59, 1989.
- DALAL, R. C. Soil organic phosphorus. *Advances in Agronomy*, New York, **29**: 83-117, 1977
- DAVEY, B. G. & CONYERS, M. K. Determining the pH of acid soils. *Soil Science*, Baltimore, **146**(3): 141-50, 1988.
- DEWIS, T. & FREITAS, F. *Physical and chemical methods of soil and water analysis*. Rome, FAO, 1970. 275 p. (FAO Soil Bulletin nº 10).
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. *Manual de métodos da análise do solo*. Rio de Janeiro, 1979.n.p.

- FERRAZ, L. C. C. B. Métodos alternativos de controle de fitonematóides. *Informe Agropecuário*, Belo Horizonte, **16**(172): 23-6, 1992
- FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P.; FERREIRA JÚNIOR, M. E. *Avaliação da fertilidade empregando o sistema IAC de análise de solo*. Jaboticabal, UNESP, 1990. 94 p.
- FUJIMOTO, C. K. & SHERMAN, G. D. The effect of drying, heating and rewetting on the level of exchangeable manganese in Hawaiian soils. *Soil Science Society America Proceedings*, Madison, **10**: 107-18, 1945
- GASHO, G. P.; GAINES, T. P.; PLANK, C. O. Comparison of extractants for testing coastal plain soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **21**(13/16): 1051-77, 1990.
- GEDROITS, K. K. *Chemical analysis of soils*. Jerusalem, Israel Program for Scientific Translations, 1963. 602 p.
- GEE, G. W. & DODSON, M. E. Soil water content by microwave drying: a routine procedure. *Soil Science Society America Journal*, Madison, **45**: 1234-7, 1981.

- GESTEL, M. van; LADD, J. N.; AMATO, M. Carbon and nitrogen mineralization from two soils of contrasting texture and microaggregate stability: influence of sequential fumigation, drying and storage. *Soil Biology and Biochemistry*, Oxford, **23**(4): 313-22, 1991
- GIANELLO, C. & BREMNER, J. M. A simple chemical method of assessing potentially available organic nitrogen in soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis.*, New York, **17**(2): 195-214, 1986.
- GILLIAM, F. S. & RICHTER, D. D. Increases in extractable ions in infertile aquults caused by sample preparation. *Soil Science Society America Journal*, Madison, **49**: 1576-8, 1985.
- GILLMAN, G. P. & MURTHA, G. G. Effects of sample handling on some chemical properties of soils from high rain fall coastal North Queensland. *Australian Journal Soil Research*, Melbourne, **21**: 67-72, 1983.
- GOH, K. M. & HAYNES, R. J. Nitrogen and agronomic practice. In: HAYNES, R. J., coord. *Mineral nitrogen in the plant-soil system*. Orlando, Academic Press, 1986. p. 379-469

- GOMEZ, A.; LESCHBER, R.; COLIN, F. Sampling techniques for sludge, soil and plants. **In:** GOMEZ, A.; LESCHBER, R.; L'HERMITE, P. *Sampling problems for the chemical analysis of sludge, soil and plants*. London, Elsevier Applied Science, 1986. p. 50-90
- HABY, V. A.; SIMS, J. R.; SKOGLEY, E. O.; LUND, R. E. Effect of sample pretreatment on extractable soil potassium. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **19**(1): 91-106, 1988
- HAMMES, J. K. & BERGER, K. C. Chemical extraction and crop removal of manganese from air-dried and moist soils. *Soil Science Society of America Proceedings*, Madison, **24**:361-4, 1960.
- HAYNES, R. J. & SWIFT, R. S. Effects of air-drying on the adsorption and desorption of phosphate and levels of extractable phosphate in a group of acid soils of New Zealand. *Geoderma*, Amsterdam, **35**: 145-57, 1985.
- HAYNES, R. J. & SWIFT, R. S. Concentrations of extractable Cu, Zn, Fe and Mn in a group of soils as influenced by air- and oven-drying and rewetting. *Geoderma*, Amsterdam, **49**: 319-33, 1991

HESSE, P. R. *A textbook of soil chemical analysis*. London, Willians Clowes, 1971. 520 p.

HOMMA, Y. Effect of heating on extractability of zinc and administered Zn. *Soil Science and Plant Nutrition*, Tokyo, **32**(1): 151-2, 1986.

JACKSON, M. L. *Análises quimico de suelos*. Barcelona, Omega, 1964. 660 p.

JONES, D. L. & EDWARDS, A. C. Effect of moisture content and preparation technique on the composition of soil solution obtained by centrifugation. *Communications in Soil Science and Plant and Analysis*, New York, **24**(1/2):171-86, 1993

KABATA-PENDIAS, A. & PENDIAS, H. *Traces elements in soils and plants*. Boca Raton, CRC Press, 1985. 315 p.

KEENEY, D. R. & BREMNER, J. M. Comparison and evaluation of laboratory methods of obtaining an index of soil nitrogen availability. *Agronomy Journal*, Madison, **58**:498-503, 1966.

KHAN, A. Effect of moist-incubation and microbial inhibition on changes in DTPA-extractable Mn. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **10**(9): 1185-93, 1979

- KHAN, A. & BANWART, W. L. Effect of incubation and microbial inhibition at field moisture capacity on changes in DTPA-extractable Fe, Zn and Cu in soils of varying pH. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **10**(3): 613-22, 1979
- KHAN, A. & SOLTANPOUR, P. N. Effect of wetting and drying on DTPA-extractable Fe, Zn, Mn e Cu in soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **9**(3): 193-202, 1978
- KHANNA, P. K. & MISHRA, B. Behavior of manganese in some acid soils in Western Germany in relation to pH and air-drying. *Geoderma*, Amsterdam, **20**:289-97, 1978.
- LANDON, J. R., ed. *Booker tropical soil manual*, London, Booker, 1984. 450 p.
- LEBEDJANTZEV, A. N. Drying of the soil as one of natural factors in maintaining soil fertility. *Soil Science*, Baltimore, **18**: 419-47, 1924
- LEGGETT, G. E. & ARGYLE, D. P. The DTPA-extractable iron, manganese, copper, and zinc from neutral and calcareous soils dried under different conditions. *Soil Science Society of America Journal*, Madison, **47**: 518-22, 1983

- LINDSAY, W. L. & NORVELL, W. A. Development of a DTPA test for zinc, iron, manganese, and copper. *Soil Science Society of America Journal*, Madison, **42**:421-8, 1978.
- LORDELLO, L. G. E. *Nematóides das plantas cultivadas*. 6^oed. São Paulo, Nobel, 1981. 314 p.
- MARUMOTO, T.; ANDERSON, J. P. E.; DOMSCH, K. H. Mineralization of nutrients from soil microbial biomass. *Soil Biology and Biochemistry*, Oxford, **14**: 469-75, 1982
- MELLO, F. A. F.; BRASIL SOBRINHO, M. O. C.; ARZOLLA, S. *Análises de solos (apostilas de práticas de química agrícola)*. Piracicaba, ESALQ, 1965. 47 p.
- MENGEL, K. & KIRKBY, E. A. *Principles of plant nutrition*. 4^o ed. Bern, IPI, 1987. 687 p.
- MILLER, R. J.; SMITH, R. B.; BIGGAR, J. W. Soil water content: microwave oven method. *Soil Science Society of America Journal*, Madison, **38**: 535-7, 1974
- MIYAZAWA, M.; PAVAN, M. A.; MARTIN NETO, L. Provável mecanismo de liberação do manganês no solo. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, **28**(6): 725-31, 1993.
- MOLLOY, M. G. & LOCKMAN, R. B. Soil analysis as affected by drying temperatures. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **10**(3): 545-50, 1979.

- MOURA FILHO, W. & BUOL, S. W. Studies of a latosol roxo (Eutruxox) in Brazil: micromorphology effect on ion release. *Experientiae*, Viçosa, **21**:161-77, 1976
- MURAOKA, T.; NEPTUNE, A. M. L.; NASCIMENTO FILHO, V. F. Avaliação da disponibilidade de zinco e de manganês do solo para o feijoeiro. I. Zinco. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Campinas, **7**: 167-75, 1983
- NEVO, Z. & HAGIN, J. Changes occurring in soil samples during air-dry storage. *Soil Science*, Baltimore, **102**(3):157-60, 1966.
- NOGUEIRA, M. C. S. *Curso de estatística experimental aplicada à experimentação agronômica*. Piracicaba, ESALQ, 1991. 168 p.
- OMUETI, J. A. I. & AGBOOLA, A. A. Effects of sample preparation and handling on exchangeable K in soil derived from igneous and metamorphic rocks of Western Nigeria. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **10**(10): 1331-43, 1979.
- PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY, D. R., ed. *Methods of soil analysis*. 2^o ed. Madison, ASA/SSA, 1982. p. 2: Chemical and Microbiological Properties, 1159 p. (Agronomy. A Series of Monographs, 9).

- PAVAN, M. A. & MIYAZAWA, M. Disponibilidade do manganês no solo: dificuldades e problemas na interpretação da análise para fins de fertilidade. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Campinas, **8**: 285-9, 1984.
- PAYNE, G. G. & RECHCIGL, J. E. Influence of various drying techniques on the extractability of plant nutrients from selected Florida-soils. *Soil Science*, Baltimore, **148**(4): 275- 83, 1989.
- PEVERILL, K. I.; BRINER, G. P.; DOUGLAS, L. A. Changes in extractable sulfur and potassium levels in soil due to oven drying and storage. *Australian Journal of Soil Research*, Melbourne, **13**: 69-75, 1975.
- PHILLIPS, I. R.; BLACK. A. S.; CAMERON, K. C. Effects of drying on the ion exchange capacity and cation adsorption properties of some New Zealand soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **17**(11): 1243-56, 1986
- PONNAMPERUMA, F. N. The chemistry of submerged soils. *Advances in Agronomy*, New York, **24**: 29-96, 1972.
- RAIJ, B. van & BATAGLIA, O. C. Análise química do solo. In: SIMPÓSIO SOBRE MICRONUTRIENTES NA AGRICULTURA, Jaboticabal, 1988. *Anais*. Piracicaba, POTAFOS/CNPq. 1991. p. 333-56

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H.; FERREIRA, M. E.; LOPES, A. S.; BATAGLIA, O. C. *Análise química do solo para fins de fertilidade*. Campinas, Fundação Cargill. 1987. 170 p.

RAVEH, A. & AVNIMELECH, Y. The effect of drying on the colloidal properties and stability of humic compounds. *Plant and Soil*, Dordrecht, **50**: 545-52, 1978.

RECHCIGL, J. E.; PAYNE, G. G.; SANCHES, C. A. Comparison of various soil drying techniques on extractable nutrients. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **23**(17-20): 2347-63, 1992

REISENAUER, H. M., ed. *Soil and plant tissue testing in California*. Berkeley, University of California Press, 1976. 54p. (Bulletin, 1879).

ROSS, D. S. & BARTLETT, R. Effects of extraction methods and sample storage on properties of solutions obtained from forested spodosols. *Journal of Environmental Analysis*, Madison, **19**: 106-13, 1990.

SEARLE, P. L. & SPARLING, G. P. The effect of air-drying and storage conditions on the amounts of sulphate and phosphate extracted from a range of New Zealand topsoils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **18**(7): 725-34, 1987.

- SEVERSON, R. C.; McNEAL, J. M.; DICKSON, J. J. Effects of soil preparation on DTPA-extractable elements in soils of the Northern Great Plains. *Soil Science*, Baltimore, **128**(2): 70-9, 1979.
- SHUMAN, L. M. Effects of soil temperature, moisture and air-drying on extractable manganese, iron, copper and zinc. *Soil Science*, Baltimore, **130**(6): 336-43, 1980.
- SOULIDES, D. A. & ALLISON, F. E. Effect of drying and freezing soils on carbon dioxide production, available mineral nutrients, aggregation, and bacterial population. *Soil Science*, Baltimore, **91**(5): 291-8, 1961
- SOUZA, E. C. A. Micronutrientes do solo **In**: BÜLL, L. T. & ROSOLEM, C. A., ed. *Interpretação de análise química de solo e planta para fins de adubação*. Botucatu, FEPAF, 1989. p. 174-205
- SPARLING, G. P. & ROSS, D. J. Microbial contributions to the increased nitrogen mineralization after air-drying of soils. *Plant and Soil*, Dordrecht, **105**: 163-67, 1988
- SPARLING, G. P.; MILNE, J. D. G.; VINCENT, K. W. Effect of soil moisture regime on the microbial contribution to Olsen phosphorus values. *New Zealand Journal of Agricultural Research*, Wellington, **30**:79-84, 1987

- SPARLING, G. P.; WHALE, K. N.; RAMSAY, A. J. Quantifying the contribution from the soil microbial biomass to the extractable P levels of fresh and air-dried soils. *Australian Journal of Soil Research*, Melbourne, **23**: 613-21, 1985.
- STEVENSON, I. L. Some observations on the microbial activity in remoistened air-dried soils. *Plant and Soil*, Dordrecht, **8**: 170-82, 1956
- THIEN, S. J.; WHITNEY, D. A.; KARLEN, D. L. Effect of microwave radiation drying on soil chemical and mineralogical analysis. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, **9**(3): 231-41, 1978.
- TISDALE, S. L.; NELSON, W. L.; BEATON, J. D. *Soil fertility and fertilizers*. 4^o ed. New York, MacMillan, 1985. 754p.
- TOMÉ JUNIOR, J. B. & DECHEN, A. R. Uso do forno de microondas na secagem de amostras de solo para análise química. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE FERTILIDADE DO SOLO E NUTRIÇÃO MINERAL DE PLANTAS, 20^o, Piracicaba, 1992. *Anais*. Campinas, Fundação Cargill, 1992. p. 48-9
- VIQUEIRA, F. D. F. Efectos del almacenaje sobre las propiedades físicas y biológicas de muestras tamizadas de suelos orgánicos. *Anales de Edafología y Agrobiología*, Santiago, **36**(1/2): 69- 73, 1977.

WALSH, L. M., ed. *Instrumental methods for analysis of soil and plant tissue*. Madison, Soil Sci. Soc. of America, 1971. 222 p.

WALSH, L. M. & BEATON, T. D., ed. *Soil testing and plant analysis*. Madison, Soil Sci. Soc. of America, 1973. 491p.

WIKNER, B. Pretreatment of plant and soils samples: a problem in boron analysis. Part 2: soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, 17(7): 697-714, 1986

WILLIAMS, J. G. & McLAREN, R. G. Effects of dry and moist incubation of soils on the extractability of native and applied soil copper. *Plant and Soil*, Dordrecht, 64: 215-24, 1982.

YANG, J. E ; SKOGLEY, E. O.; SCHAFF, B. E. Microwave radiation and incubation effects on resin-extractable nutrients: I. nitrate, ammonium, and sulfur. *Soil Science Society of America Journal*, Raleigh, 54:1639-45, 1990.

APÊNDICE: Descrição pedológica dos perfis**Perfil:** BV**Classificação:** Brunizem Avermelhado, fase pedregosa, floresta tropical sub-caducifólia**Município:** Cornélio Procópio - PR**Localização:** A 80 m da margem esquerda da rodovia BR-369, Km 98, sentido Cornélio Procópio-Londrina**Situação e declive:** barranco às margens de pequeno ribeirão, 15 a 20% de declive**Litologia:** Rochas eruptivas básicas do Grupo São Bento, Formação Serra Geral**Material de origem:** Saprolito das rochas supra-mencionadas**Relevo:** Local: forte ondulado. Regional: ondulado**Altitude:** 900 m**Drenagem:** acentuadamente drenado a bem drenado nos horizontes superficiais**Erosão:** laminar ligeira**Vegetação:** Floresta tropical subcaducifólia**Uso atual:** pastagem

Ap - 0-22 cm, bruno amarelado escuro (10 YR 3/4), argila, moderada a forte, muito pequena a pequena, blocos sub-angulares, cerosidade ausente, duro a muito duro, friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição gradual e plana.

Ab - 22-56 cm, cinzento muito escuro (5 Y 3/1), argila, muito pequena, moderada a forte, blocos sub-angulares, cerosidade pouca e fraca, duro, friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição abrupta e plana.

Bt - 56-84 cm, bruno muito escuro (10 YR 2/2), muito argiloso, moderada a forte, média a grande, blocos sub-angulares, cerosidade abundante, moderada a forte, muito dura a extremamente dura, friável, ligeiramente plástico a plástico e ligeiramente pegajoso a pegajoso, transição clara e plana.

B/C - 84+ cm, bruno muito escuro (10 YR 2/3), argila, pequena a média, moderada a forte, blocos sub-angulares, cerosidade pouca e fraca, duro, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição clara e plana.

Raízes: comuns no Ap, poucas no Ab e Bt e raras no B/C**Observação:** presença de nódulos minerais muito poucos, pequenos, duros, irregulares, alaranjados no Ap e frequentes, pequenos, duros, esféricos, amarelo-alaranjados no Ab, Bt e B/C

Solo BV (continuação)

Horizonte		Fração da Amostra Total			Composição Granulométrica Total			
		Calhaus	Cascalho	Terra Fina				
Símb. Prof.	> 20mm	20-2mm	< 2mm		Areia	Silte	Argila	
Ap 0-22cm	0	56	44		25	28	47	
Ab 22-56cm	0	51	49		31	24	45	
Bt 56-84cm	0	48	52		21	14	65	
B/C 84+ cm	0	49	51		25	20	55	
Argila Dispersa em água (%)	Grau de Floculação (%)	%Silte	pH (1:2,5)		Fósforo Assimilável (Mehlich) (ppm P)	Carbono Orgânico (%)		
		%Argila	água	KCl 1N				
27	42,5	0,60	6,8	4,9	4,9	2,3		
37	17,8	0,56	7,1	5,3	1,1	1,0		
37	43,1	0,22	6,2	4,4	1,5	0,5		
30	45,4	0,36	6,1	4,0	2,0	0,2		
Complexo Sortivo (meq/100 ml)								
Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	Valor T	V (%)	m (%)
12,5	9,3	0,26	22,06	0,0	5,7	27,76	79,53	0,0
14,4	11,9	0,13	26,43	0,0	4,0	30,43	86,77	0,0
14,0	15,7	0,16	29,86	0,0	6,5	36,36	82,04	0,0
8,9	10,3	0,13	19,33	0,3	7,5	27,43	70,43	3,0
Ataque Sulfúrico								
SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃			
			Al ₂ O ₃ Ki	R ₂ O ₃ Kr	Fe ₂ O ₃			
29,34	18,7	23,5	2,66	1,47	1,24			
23,82	17,1	19,7	2,37	1,36	1,36			
29,18	15,4	26,5	3,22	1,53	0,91			
34,06	20,0	20,6	2,89	1,74	1,52			

Perfil: AQ

Classificação: Areia Quartzosa

Município: Congonhinhas - PR

Localização: Corte de estrada vicinal em direção ao Patrimônio do Vaz, a 9 Km do entroncamento com a rodovia PR-160, sentido Nova Fátima-Congonhinhas

Situação e declive: terço médio da encosta, às margens da estrada vicinal

Litologia: arenito, provavelmente arenito Botucatu ou de outros grupos, como Passa Quatro ou Tubarão

Material de origem: materiais provenientes da decomposição dos arenitos supra-citados

Relevo: Local-suave ondulado. Regional-ondulado a forte ondulado

Altitude: 700 m

Drenagem: excessivamente drenado

Erosão: laminar

Vegetação: Floresta subtropical subperenifólia

Uso atual: capineira

Ap - 0-20 cm, bruno amarelado escuro (10 YR 4/4), areia franca, pequena, fraca, granular, macia, muito friável, não plástico e não pegajoso, transição ondulada.

C - 20-105+ cm, bruno (7,5 YR 4/4), areia, média a grande, fraca, granular, macia, muito friável, não plástico e não pegajoso.

Raízes: poucas no Ap e raras no C

Solo AQ (continuação)

Horizonte		Fração da Amostra Total			Composição Granulométrica Total			
		Calhaus	Cascalho	Terra Fina				
Símb. Prof.	> 20mm	20-2mm	< 2mm	Areia	Silte	Argila		
Ap 0-20 cm	0	0	100	88	2	10		
C 20-105+cm	0	0	100	86	2	12		
Argila Dispersa em água (%)	Grau de Floculação (%)	%Silte	pH (1:2,5)		Fósforo Assimilável (Mehlich) (ppm P)	Carbono Orgânico (%)		
		%Argila	água	KCl 1N				
7	30,0	0,20	6,2	5,0	35,7	0,3		
8	33,3	0,17	6,3	5,1	6,0	0,2		
Complexo Sortivo (meq/100 ml)								
Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	Valor T	V (%)	m (%)
1,5	0,8	0,09	2,39	0,0	2,5	4,89	48,47	0,0
1,7	0,8	0,05	2,55	0,0	2,3	4,85	52,33	0,0
Ataque Sulfúrico								
SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ Al ₂ O ₃ Ki	SiO ₂ R ₂ O ₃ Kr	Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃			
2,26	2,5	0,4	1,54	1,39	9,81			
4,52	2,8	1,0	2,74	2,23	4,40			

Perfil: PV

Classificação: Podzólico Vermelho Amarelo

Município: Santo Antônio da Platina - PR

Localização: às margens esquerda da estrada PR-439, sentido Santo Antônio da Platina-Ribeirão do Pinhal, a 8 Km de Santo Antônio

Situação e declive: corte de estrada, situado em meia encosta com 8% de declive

Litologia: folhelhos argilos-siltosos da Formação Poço Preto, do Permiano

Material de origem: saprolito proveniente da decomposição das rochas acima citadas

Relevo: suave ondulado

Altitude: 500 m

Drenagem: bem drenado

Erosão: laminar

Vegetação: Floresta tropical subperenifólia

Uso atual: pastagem

Ap - 0-15 cm, bruno escuro (7,5 YR 3/2), franco arenoso, fraca, muito pequena granular, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição plana e gradual

E - 15-47 cm, bruno (7,5 YR 4/3), franco, fraca pequena e média blocos sub-angulares, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição abrupta e plana

Bt - 47-100+ cm, bruno avermelhado (5 YR 5/4), argila, moderada a forte, pequena a média blocos subangulares, cerosidade moderada comum, friável a firme, muito plástico e muito pegajoso

Raízes: muitas no Ap e E e poucas no Bt

Solo PV (continuação)

Horizonte		Fração da Amostra Total			Composição Granulométrica Total			
		Calhaus	Cascalho	Terra Fina				
Símb. Prof.	> 20mm	20-2mm	< 2mm	Areia	Silte	Argila		
Ap 0-15 cm	0	0	100	59	26	15		
E 15-47 cm	0	0	100	41	42	17		
Bt 47-100+	0	0	100	23	20	57		
Argila Dispersa em água (%)	Grau de Floculação (%)	%Silte	pH (1:2,5)		Fósforo Assimilável (Mehlich) (ppm P)	Carbono Orgânico (%)		
		%Argila	água	KCl 1N				
15	0,0	1,73	5,63	4,32	7,1	0,6		
12	29,4	2,47	4,65	3,34	4,2	0,6		
36	36,8	0,35	4,99	3,40	2,8	0,4		
Complexo Sortivo (meq/100 ml)								
Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	Valor T	V (%)	m (%)
2,4	0,7	0,34	3,44	0,0	4,50	7,94	43,47	0,0
0,5		0,15	0,65	1,0	3,50	5,15	12,69	60,6
2,1	0,9	0,18	3,18	1,8	5,40	10,38	30,63	36,1
Ataque Sulfúrico								
SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂		SiO ₂		Al ₂ O ₃	
			Al ₂ O ₃ Ki		R ₂ O ₃ Kr		Fe ₂ O ₃	
6,4	4,8	1,7	2,26		1,85		4,43	
5,5	3,6	1,2	2,59		2,14		4,71	
19,1	15,3	6,0	2,12		1,70		4,00	

Perfil: H0

Classificação: Solo orgânico álico, fase campo de várzea

Município: Castro - PR

Localização: Estrada PR-090 em direção a Capão Alto, a 14 Km do entroncamento com a PR-151, localidade de Pedras, às margens do Rio Iapó

Situação e declive: Utilizou-se trincheira aberta por máquina retroescavadeira na confecção de drenos, numa planície inundada

Litologia: Sedimentos recentes do Holoceno, constituído por argilas e areias inconsolidadas

Material de origem: resíduos provenientes da intemperização dos sedimentos supra-citados

Relevo: plano

Altitude: 850 m

Drenagem: muito mal drenado

Erosão: não aparente

Vegetação: campo sub-tropical com gramíneas e ciperáceas

Uso atual: cultura do arroz

Ap - 0-14 cm, preto (10 YR 2/1), franco arenoso, forte, muito pequena, granular, duro a muito duro, muito firme, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição clara e plana

Hd - 14-48 cm, preto (N 2/), franco argilo arenoso, sem estrutura, extremamente duro, firme, plástico e ligeiramente pegajoso, transição clara e plana

C - 48-58+ cm, cinzento escuro (5 Y 4/1), franco argilo arenoso, sem estrutura, extremamente duro, muito firme, plástico e pegajoso

Raízes: muitas no Ap e Hd

Solo HO (continuação)

Horizonte		Fração da Amostra Total			Composição Granulométrica Total			
		Calhaus	Cascalho	Terra Fina				
Símb. Prof.	> 20mm	20-2mm	< 2mm		Areia	Silte	Argila	
Ap 0-14 cm	0	0	100		66	20	14	
Hd 14-18 cm	0	0	100		59	18	23	
C 48-58+cm	0	0	100		62	10	28	
Argila Dispersa em água (%)	Grau de Floculação (%)	%Silte ----- %Argila	pH (1:2,5)		Fósforo Assimilável (Mehlich) (ppm P)	Carbono Orgânico (%)		
			água	KCl 1N				
9	35,7	1,43	4,61	3,63	22,8	21,2		
13	43,5	0,78	4,86	3,89	78,2	14,4		
12	57,1	0,36	5,02	3,86	78,2	2,3		
Complexo Sortivo (meq/100 ml)								
Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	Valor T	V (%)	m (%)
1,0	0,5	0,17	1,67	2,5	17,90	22,07	7,56	60,0
	0,5	0,06	0,56	1,9	15,70	18,16	3,08	77,2
	0,3	0,03	0,33	1,5	9,80	11,63	2,83	82,0

Perfil: PV2

Classificação: Podzólico Vermelho Amarelo Latossólico.
A proeminente

Município: Castro - PR

Localização: margem esquerda da rodovia PR-151, em direção a Castro, 2 Km depois do entroncamento com a PR-090 e de Posto da Polícia Rodoviária

Situação e declive: corte de estrada, meia encosta de elevação, 10 % de declive

Litologia: rochas sedimentares, principalmente arcózios

Material de origem: saprolito do material supra-citado

Relevo: Local e regional: suave ondulado

Altitude: 950 m

Drenagem: bem drenado

Erosão: laminar moderada

Vegetação: campestre sub-tropical, formada principalmente por gramíneas

Uso atual: cultura do trigo

Ap1 - 0-18 cm, bruno avermelhado escuro (5 YR 3/3), argila, forte, muito pequena a pequena, granular, duro, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição clara e plana

Ap2 - 18-37 cm, bruno avermelhado (5 YR 4/3), argila, forte, muito pequena a pequena, granular, macio, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso, transição clara e plana

Bt - 37-152+ cm, vermelho amarelado (5 YR 4/6), muito argilosa, moderada, média a grande, prismática, macia, firme, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso

Raízes: muitas e fasciculadas no Ap1 e Ap2 e poucas e fasciculadas no Bt.

Observações: poros pequenos e muitos no Ap1, pequenos e poucos no Ap2 e pequenos e comuns no Bt

Solo PV2 (continuação)

Horizonte		Fração da Amostra Total			Composição Granulométrica Total			
		Calhaus	Cascalho	Terra Fina				
Símb. Prof.	> 20mm	20-2mm	< 2mm		Areia	Silte	Argila	
Ap1 0-18 cm	0	0	100		25	18	57	
Ap2 18-37cm	0	0	100		25	20	55	
Bt 37-152+	0	0	100		13	18	69	
Argila Dispersa em água (%)	Grau de Floculação (%)	%Silte	pH (1:2,5)		Fósforo Assimilável (Mehlich) (ppm P)	Carbono Orgânico (%)		
		%Argila	água	KCl 1N				
15	73,7	0,32	5,60	4,20	6,3	2,7		
17	69,1	0,36	5,30	4,00	10,5	2,6		
5	92,7	0,26	5,20	4,40	0,8	1,4		
Complexo Sortivo (meq/100 ml)								
Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	Valor T	V (%)	m (%)
2,7	1,1	0,15	3,95	0,1	8,3	12,35	32,09	2,5
3,0	0,6	0,06	3,66	0,2	9,7	13,56	26,95	5,2
1,1	1,1	0,02	2,22	0,1	6,6	8,92	24,93	4,3
Ataque Sulfúrico								
SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	SiO ₂		SiO ₂		Al ₂ O ₃	
			Al ₂ O ₃ Ki		R ₂ O ₃ Kr		Fe ₂ O ₃	
13,50	18,8	11,4	1,22		0,88		2,59	
8,94	8,7	4,0	1,75		1,35		3,41	
4,26	10,3	3,5	0,70		0,58		4,62	