

JOÃO JOSÉ DE MIRANDA MILAGRES

**DOSAGEM EM ANÁLISES QUÍMICAS DE FERTILIDADE DO SOLO POR
MÉTODOS DE ROTINA E POR ESPECTROFOTOMETRIA DE EMISSÃO
ÓTICA EM PLASMA INDUZIDO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, para a obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA
MINAS GERAIS – BRASIL
2003

JOÃO JOSÉ DE MIRANDA MILAGRES

**DOSAGEM EM ANÁLISES QUÍMICAS DE FERTILIDADE DO SOLO POR
MÉTODOS DE ROTINA E POR ESPECTROFOTOMETRIA DE EMISSÃO
ÓTICA EM PLASMA INDUZIDO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Aprovada: 14 de agosto de 2003.

Prof. Júlio César Lima Neves
(Conselheiro)

Prof. Luiz Eduardo Dias

Prof. Jaime Wilson Vargas de Mello

Prof. Hermínia Emília Prieto Martinez

Prof. Víctor Hugo Alvarez V.
(Orientador)

A Deus, pela vida.

Ao meu pai, pelos princípios.

A minha mãe, pelo amor e pela dedicação.

A minha avó, pelas orações.

A Regina, pelo companheirismo.

Ao Mateus, a Yasmin e a Clara pela alegria.

AGRADECIMENTO

À Escola Agrotécnica Federal de São João Evangelista e à Universidade Federal de Viçosa, pela oportunidade de realização do Curso.

Ao professor Víctor Hugo Alvarez V., pelos ensinamentos e sugestões que permitiram o aperfeiçoamento deste trabalho e pelo exemplo de profissionalismo.

Aos professores Júlio César Lima Neves e Reinaldo Bertola Cantarutti, pelas sugestões que enriqueceram este estudo.

Aos professores Jaime Wilson Vargas Mello, Hermínia Emília Prieto Martinez e Luiz Eduardo Dias, pela participação na banca examinadora deste trabalho e pelas oportunas sugestões.

Aos demais professores do Departamento de Solos, pela grande contribuição a minha formação profissional.

Aos amigos José Roberto de Paula e Roberto Carlos Alves, pelo incentivo na busca do aprimoramento.

A Gualter Guenther Costa da Silva, pela contribuição na elaboração do projeto de pesquisa e a Meubles Borges Júnior, pela colaboração durante a fase de desenvolvimento do método de dosagem no ICP-OES.

Aos companheiros Manuel Danilo Carrilo Z., Carlos Hissao Kurihara e Ignácio Aspiazú, pela troca de idéias e pela amizade.

BIOGRAFIA

JOÃO JOSÉ DE MIRANDA MILAGRES nasceu no Rio de Janeiro-RJ, em 11 de agosto de 1968.

Em 1987, ingressou no curso de Agronomia na Universidade Federal de Viçosa, graduando-se no mês de abril de 1992.

Atuou como produtor rural em Senhora de Oliveira-MG, de 1992 até 1994. Em janeiro de 1995, tomou posse como Engenheiro Agrônomo, na Escola Agrotécnica Federal de São João Evangelista-MG, a qual permanece vinculado.

Em abril de 2001, iniciou o Curso de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas no Departamento de Solos da Universidade Federal de Viçosa, defendendo tese em agosto de 2003.

CONTEÚDO

	Página
RESUMO -----	vii
ABSTRACT -----	ix
1. INTRODUÇÃO -----	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA -----	3
3. MATERIAL E MÉTODOS -----	8
3.1. Caracterização das amostras de solo -----	8
3.2. Análises químicas -----	13
3.2.1. Extração -----	13
3.2.1.1. Mehlich-1, KCl 1,0 mol/L e Mehlich-3 -----	13
3.2.1.2. DTPA-TEA -----	13
3.2.2. Dosagem -----	14
3.2.2.1. Espectrofotometria de absorção molecular -----	14
3.2.2.2. Fotometria de emissão em chama -----	15
3.2.2.3. Espectrofotometria de absorção atômica -----	15
3.2.2.4. Titulometria -----	17

3.2.2.5. Espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido -----	18
3.3. Ajuste do método ICP-OES -----	18
3.3.1. Preparo das curvas de calibração -----	18
3.3.2. Definição dos comprimentos de onda -----	23
3.4. Avaliação da precisão e da reprodutibilidade dos métodos --	24
3.5. Comparação dos métodos de dosagem -----	25
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO -----	29
4.1. Definição dos comprimentos de onda do ICP-OES -----	29
4.2. Precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagem -----	37
4.2.1. Dosagens em extratos obtidos com Mehlich-1 -----	37
4.2.2. Dosagens em extratos obtidos com KCl 1,0 mol/L -----	38
4.2.3. Dosagens em extratos obtidos com Mehlich-3 -----	41
4.2.4. Dosagens em extratos obtidos com DTPA-TEA -----	43
4.3. Comparação dos métodos de dosagem -----	45
5. RESUMO E CONCLUSÕES -----	60
BIBLIOGRAFIA -----	62
APÊNDICE A -----	66
APÊNDICE B -----	70

RESUMO

MILAGRES, João José de Miranda. M.S., Universidade Federal de Viçosa, agosto de 2003. **Dosagem em análises químicas de fertilidade do solo por métodos de rotina e por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido.** Orientador: Víctor Hugo Alvarez V.. Conselheiros: Júlio César Lima Neves e Reinaldo Bertola Cantarutti.

Neste trabalho, objetivou-se comparar as dosagens em análises químicas de fertilidade do solo por métodos de rotina com as dosagens obtidas por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES), utilizando os extratores Mehlich-1 (P, K, Fe, Zn, Cu e Mn), KCl 1,0 mol/L (Ca^{2+} , Mg^{2+} e Al^{3+}), Mehlich-3 (P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn) e DTPA-TEA (Fe, Zn, Cu e Mn). Foram empregadas amostras da camada superficial (0-20 cm) de 36 solos de Minas Gerais e Bahia, com ampla variação em suas características e propriedades físicas e químicas. Os seguintes métodos de dosagens foram utilizados: P por espectrofotometria de absorção molecular (EAM), K por fotometria de emissão em chama (FEC), acidez trocável (Al^{3+}) por titulometria (TIT), Ca, Mg, Fe, Cu, Mn e Zn por espectrofotometria de absorção atômica (EAA) e P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn por ICP-OES. Ajustou-se o método ICP-OES, definindo os comprimentos de onda de cada elemento para cada método de extração. O ICP-OES possibilita a verificação da ocorrência de interferências espectrais

que muitas vezes são minimizadas com a adoção de medidas corretivas fornecidas pelo próprio aparelho. Dos elementos estudados, as interferências mais preocupantes foram as de Cu sobre o P. A confecção das curvas de calibração do ICP-OES obedeceu aos critérios da faixa ótima de detecção do aparelho, bem como da faixa esperada de ocorrência dos nutrientes no solo, tomando-se o cuidado de minimizar o efeito de matriz. Avaliou-se a precisão e a reprodutibilidade dos métodos de dosagens utilizando três solos com ampla variação em suas características físicas e químicas, sendo estes solos analisados em dez séries com três repetições por série. O coeficiente de variação dentro da série representou a precisão e entre séries a reprodutibilidade. Os métodos de dosagem mostraram-se precisos e com boa reprodutibilidade, para todos os extratores. Quando os teores dos elementos nas amostras utilizadas, apresentaram-se baixos, tanto a precisão quanto a reprodutibilidade do ICP-OES foram melhores que as dos métodos de rotina. Para determinar o grau de aproximação entre os teores obtidos com o ICP-OES e com os métodos de rotina, os tratamentos foram arranados em esquema fatorial 2 x 36, correspondendo aos 2 métodos de dosagem e aos 36 solos, no delineamento em blocos casualizados, com quatro repetições. Para as dosagens no ICP-OES, não se fez necessária a utilização de reagentes de trabalho, entretanto, para a leitura do extrato de KCl 1,0 mol/L, o mesmo foi diluído 4 vezes a fim de não causar entupimentos nem danos ao aparelho em virtude do possível acúmulo de sais. A igualdade entre os métodos de dosagem foi verificada através da aplicação de um teste de identidade entre métodos e ocorreu somente para Ca^{2+} , extraído por KCl 1,0 mol/L. Para os outros elementos, o ICP apresentou pequena superestimação, de maneira geral em relação aos métodos de rotina. As diferenças absolutas entre os teores obtidos pelo ICP-OES e pelos métodos de rotina, correlacionaram-se melhor com o pH, para a maioria das determinações. Não foi observada correlação entre as diferenças absolutas dos teores de P, por diferentes métodos de dosagem, com o teor de matéria orgânica dos solos.

ABSTRACT

MILAGRES, João José de Miranda. M.S., Universidade Federal de Viçosa, August, 2003. **Dosage in soil fertility chemical analysis using routine methods and inductively coupled plasma optical emission spectrophotometry.** Advisor: Víctor Hugo Alvarez V.. Research Committee: Júlio César Lima Neves and Reinaldo Bertola Cantarutti.

The objective of this research was to compare dosages in soil fertility chemical analysis using routine methods with dosages obtained by inductively coupled plasma optical emission spectrophotometry (ICP-OES), using the extractants Mehlich-1 (P, K, Fe, Zn, Cu, and Mn), KCl 1,0 mol/L (Ca^{2+} , Mg^{2+} , and Al^{3+}), Mehlich-3 (P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu, and Mn), and DTPA-TEA (Fe, Zn, Cu, and Mn). Samples of the soil surface layer (0-20 cm) of 36 soils from the states of Minas Gerais and Bahia were used, with a wide range of characteristics and physical and chemical properties. The following dosage methods were used: P using molecular absorption spectrophotometry (MAS); K using flame emission photometry (FEP); exchangeable acidity (Al^{3+}) by titration (TIT); Ca, Mg, Fe, Cu, Mn, and Zn using atomic absorption spectrophotometry (AAS); and P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu, and Mn using ICP-OES. The ICP-OES method was adjusted, defining the wave lengths for each element, and for each extraction method. The ICP-OES enables to verify the occurrence of spectral interference, which are often minimized adopting corrective measures given by the equipment.

Among the elements studied, the most concerning interference was that caused by Cu over the P. The adjustment of calibration curves for the ICP-OES followed the equipment's optimum detection range criteria, and the soil nutrient expected occurrence range, taking the precaution of minimizing the matrix effect. The precision and the reproducibility of the dosage methods were evaluated using three soils with a wide variation of physical and chemical characteristics. The soils were analyzed in ten series, with three replications per series. The coefficient of variation within each series represented the precision and the coefficient among series represented the reproducibility. The dosage methods were precise and had good reproducibility for all extractors. When the amounts of the elements in the samples were small, both the precision and the reproducibility of the ICP-OES were better than with the routine methods. To determine the approximation degree among the amounts obtained with the ICP-OES and the routine methods, the treatments were arranged in a 2 by 36 factorial arrangement, corresponding to the two dosage methods and to the 36 soils, in a randomized block design, with four replications. For the ICP-OES dosages, it was not necessary to use working reagents, however, for the KCl 1,0 mol/L extract reading, it was diluted four times aiming to not cause clogging nor damage to the equipment as a function of possible salt accumulation. The similarity among the results of the dosage methods was verified applying an identity test and occurred only for Ca^{2+} , extracted using KCl 1,0 mol/L. For other elements, the ICP presented small overestimation compared to routine methods. Absolute differences among amounts determined by the ICP-OES and using routine methods were better correlated with the pH, for the majority of the determinations. It was not observed correlation among absolute differences of the P amounts, by different dosage methods, with the amount of soil organic matter.

1. INTRODUÇÃO

No Brasil, as análises de rotina em fertilidade do solo apresentam, basicamente, dois procedimentos de extração. Em um desses procedimentos, utilizado pela maioria dos laboratórios, P e K são extraídos por Mehlich-1 (Mehlich, 1984), também utilizado para Fe, Cu, Mn e Zn disponíveis. O Ca e o Mg trocáveis e a acidez trocável (Al^{3+}) são extraídos com KCl 1,0 mol/L (CFSEMG, 1999; CFSRS, 1995). O outro procedimento, utilizado no Estado de São Paulo, extrai P, K, Ca e Mg com resina e Fe, Cu, Mn e Zn com DTPA-TEA (Raij et al., 1996). Um terceiro procedimento de extração vem sendo utilizado por instituições de pesquisa, e consiste no uso do extrator Mehlich-3 (Mehlich, 1984), para P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn disponíveis.

Os métodos de dosagem utilizados pela maioria dos laboratórios são os mesmos: o P por espectrofotometria de absorção molecular (EAM), o K por fotometria de emissão em chama (FEC), a acidez trocável (Al^{3+}) por titulometria (TIT) e Ca, Mg, Fe, Cu, Mn e Zn por espectrofotometria de absorção atômica (EAA).

Na perspectiva de aumentar a precisão, diminuir os custos por determinação, baixar os limites de detecção e dosar simultaneamente vários elementos, algumas instituições de pesquisa e alguns laboratórios particulares, estão optando pela espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry - ICP-OES ou, simplesmente, ICP) para dosagem de elementos em extratos de solos e de plantas.

Os teores de P e Al dosados pelo ICP, quando comparados aos teores obtidos por métodos usuais de dosagem, em fertilidade do solo, apresentam-se diferentes, de acordo com vários trabalhos realizados em diversos países. Para K, Ca, Mg e micronutrientes, os teores são considerados semelhantes. Apesar dessa constatação, é importante que se compare a dosagem pelo ICP com os métodos de extração e dosagem utilizados no Brasil.

Sem estudar as diferenças, quantificando as magnitudes e as relações com as características químicas, físicas e físico-químicas dos solos, fica temerário o uso da técnica ICP-OES, para gerar resultados a serem interpretados com base nos níveis críticos gerados a partir dos métodos de dosagem usuais nas análises de rotina.

Neste trabalho, objetivou-se comparar as dosagens em análises químicas de fertilidade do solo por métodos de rotina, com as dosagens por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido, utilizando os extratores Mehlich-1, KCl 1,0 mol/L, Mehlich-3 e DTPA-TEA.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Plasmas, por definição, são gases em que uma significativa fração de átomos e ou moléculas apresentam-se ionizadas (Soltanpour et al., 1982).

A utilização do método da espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido, nas análises de rotina, intensificou-se a partir da década de 70, devido, principalmente, aos avanços tecnológicos direcionados para as fontes de excitação e para as aplicações computacionais. Segundo Raij et al.(2001), o plasma é a fonte de excitação mais efetiva para fins analíticos, sendo o plasma de argônio o mais utilizado.

O princípio geral do método baseia-se na energização do átomo, que resulta no movimento de elétrons de um orbital mais próximo para outro mais afastado do núcleo, deixando o átomo num estado excitado. Quando a energização é elevada, transformando o átomo num íon, diz-se que esse atingiu o estado de ionização. Após o processo de excitação, os elétrons dos átomos excitados e, ou, dos íons excitados, retornam rapidamente ao orbital de origem, emitindo energia eletromagnética, fótons, com comprimento de onda específico para cada elemento e cada transição. No espectrofotômetro, os fótons são transformados em sinais eletrônicos, que são convertidos em concentração, após as devidas calibrações (Boss & Fredeen, 1997).

O espectrofotômetro de emissão ótica em plasma (Figura 1) é constituído de nebulizador e fonte de excitação. Os nebulizadores são dispositivos que transformam um líquido em aerossol, diminuindo o limite de detecção. A principal fonte de excitação é o plasma, produzido quando o argônio passa através de uma tocha, a qual consiste de três tubos concêntricos feitos de quartzo ou outro material semelhante. Essa tocha localiza-se no interior de uma bobina de cobre, conectada a um gerador de alta freqüência. A alta freqüência provoca aumento na velocidade das colisões entre os elétrons e íons do gás, causando aquecimentos com temperaturas variando de 6.000 a 10.000 K (Fassel, 1977).

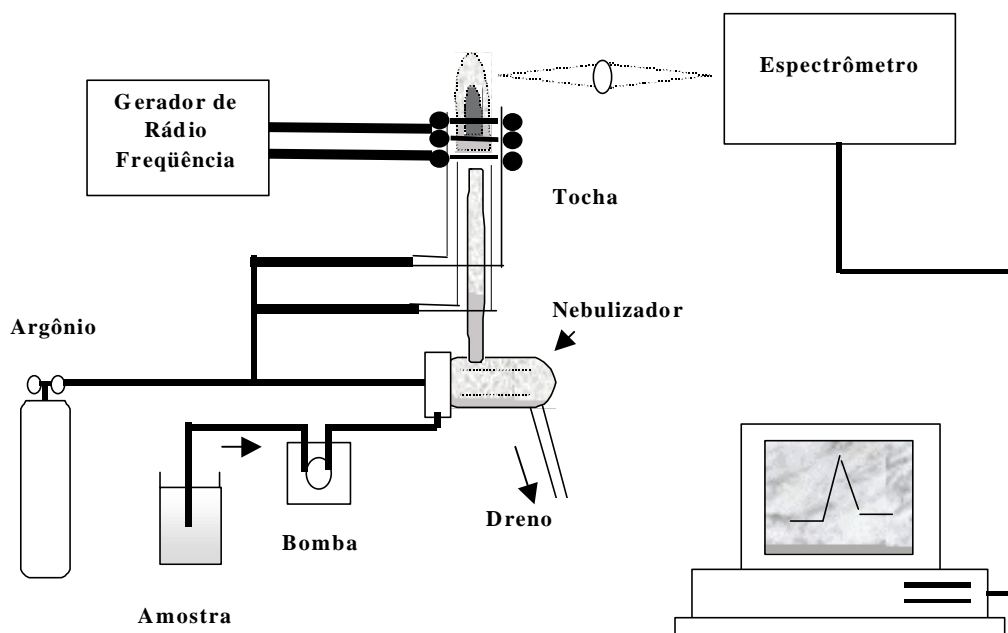


Figura 1. Esquema básico de um ICP-OES (Boss & Fredeen, 1997).

Hylander et al. (1995, 1996), estudando diferentes métodos de dosagens para P em extratos de quatro solos, sendo dois arenosos e dois argilosos, verificaram que as diferenças entre P dosado pelo ICP e pelo EAM foram pequenas, considerando o lactato de amônio 0,1 mol/L mais ácido acético 0,4 mol/L como extrator, mas elevadas para extração com CaCl_2 0,01 mol/L ou com água. Destacou-se também que, geralmente, o teor de P

extraído com CaCl_2 e dosado pelo ICP foi mais elevado em amostras de solo secas antes da extração, do que naquelas na capacidade de campo. Isso se deveu, provavelmente, à morte de microrganismos quando o solo foi seco, tornando o P, em compostos orgânicos, mais facilmente extraível.

Para P, em áreas onde é grande a participação de formas orgânicas (P_o) no fósforo extraído, é provável que exista superestimação do P “disponível” dosado pelo ICP em relação ao método colorimétrico (EAM), que detecta, basicamente, fósforo inorgânico (P_i), apesar de Hylander et al. (1995), verificarem que o EAM determina ortofosfato inorgânico e parte do P_o . Segundo Novais & Smyth (1999), o P_o de muitos solos é superior ao P_i , embora ainda não se saiba a real dimensão de seu envolvimento como fonte de P para as plantas, em solos tropicais.

Em solos cultivados na Suécia, contendo de 3 a 6 dag/kg de matéria orgânica, Nilson & Hahlin (1992), citados por Hylander et al. (1996), constataram diferenças entre a dosagem por ICP e EAM, para o P extraído pelo método lactato de amônio 0,1 mol/L mais ácido acético 0,4 mol/L, destacando-se diferenças mais acentuadas com o aumento do teor de matéria orgânica e diminuição dos valores de pH no solo.

Trabalho semelhante foi realizado por Labhsetwar & Soltanpour (1985), em solos do Colorado (EUA), constatando-se valores de P, extraídos pela solução de NH_4HCO_3 0,1 mol/L mais DTPA 0,005 mol/L e dosados pelo ICP, maiores em média 1,7 mg/dm³ em relação ao P dosado por EAM, provavelmente devido a inclusão de formas orgânicas de P.

Diferenças mais elevadas foram encontradas por Eckert & Watson (1996), entre a dosagem de P, pelo ICP e pelo EAM, em extratos de dois solos dos EUA, obtidos por Mehlich-3, em que o ICP detectou de 10 a 30 % mais P do que o EAM. A maior diferença foi verificada no solo que apresentava maior teor de carbono orgânico e capacidade de troca catiônica.

Resultados semelhantes entre os métodos ICP e EAM para a dosagem de P, ICP e FEC para a dosagem de K e ICP e EAA, para a dosagem de Cu, Zn, Fe, Mn, Pb e Cd, foram encontrados em 11 sedimentos e um solo da Austrália, após digestão em ácido nítrico concentrado (Willett & Zarcinas, 1986).

Hamalova et al. (1997), comparando as dosagens de P, K e Mg pelo ICP, com as obtidas para P pelo método gravimétrico, e para K e Mg por espectrofotometria de absorção atômica, em 12 fertilizantes, constataram que a reprodutibilidade das dosagens por ICP foram semelhantes aos métodos de rotina, para extração com ácido nítrico. Nas dosagens de P, extraído com água e com citrato de amônio, constataram-se diferenças de 1 a 2 % entre os métodos ICP e o gravimétrico, diferenças que são aceitáveis. Na dosagem do K, verificou-se que o ICP apresentou erro sistemático positivo, em comparação com o EAA, que pode tornar-se significativo em dosagens com baixa concentração de potássio.

Trabalhando com 20 solos da Austrália, Bruce & Lyons (1984), utilizando como extrator o KCl 1,0 mol/L, compararam as dosagens de Al por ICP, EAA, TIT e EAM e as de Ca e Mg pelo ICP e EAA. As dosagens do Al pelo ICP foram ligeiramente maiores do que por EAA e por TIT, sendo as diferenças consideradas de pequena importância, na prática. Para Ca e Mg, os resultados dos dois métodos foram considerados semelhantes.

Coscione et al. (1998), reavaliando os procedimentos para determinação da acidez trocável e do alumínio trocável em 12 solos do Estado de São Paulo, constataram que os valores de alumínio trocável, obtidos por TIT em extratos de KCl 1,0 mol/L, usando vermelho de fenol e azul de bromotimol como indicadores, foram em média 25 % e 13 % mais baixos do que pelo ICP, comprovando que o método espectrofotométrico deve ser priorizado para dosagem de alumínio trocável.

Em 15 solos da Austrália, Lyons & Lynch (1985), comparando os métodos ICP, EAA e FEC, para dosagem de Ca, Mg, Na e K, extraídos por NH_4Cl 1,0 mol/L em água, verificaram dosagens semelhantes entre os métodos, exceto para Mg, onde os resultados obtidos pelo ICP foram de 3 a 4 % superiores ao EAA. Neste mesmo trabalho, os autores avaliaram a reprodutibilidade dos métodos de dosagem após extração dos elementos com NH_4Cl 1,0 mol/L em álcool e concluíram que para Ca e Mg, o EAA foi mais reprodutível que ICP, para K o ICP foi mais reprodutível que o FEC e para Na os métodos apresentaram reprodutibilidades semelhantes.

Os micronutrientes Fe, Zn, Cu e Mn de 471 amostras de solos da região oeste dos EUA, extraídos por DTPA-TEA e por Mehlich-3, foram dosados pelo ICP-OES e pelo EAA, constatando-se que os métodos de dosagens não diferiram significativamente, indicando que o ICP pode ser utilizado como alternativa ao EAA (Vocasek & Friederiks, 1994).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Caracterização das amostras de solo

Foram selecionadas 36 amostras de solos sendo 12 sob pastagem, 12 sob floresta e 12 sob agricultura, coletadas nos Estados de Minas Gerais e Bahia (Quadro 1), apresentando ampla variação em suas características e propriedades químicas e físicas como pH, fósforo remanescente, matéria orgânica e teor de argila. As amostras da camada superficial (0-20 cm) desses solos foram secas ao ar, destorroadas e peneiradas em malhas de 2 mm de abertura. A seguir, foram coletadas subamostras de cada amostra, para caracterização física e química (Quadros 2, 3 e 4).

Quadro 1. Classe e procedência dos solos

Solo	Classe	Procedência
1	Latossolo	São João Evangelista-MG
2	Latossolo	São João Evangelista-MG
3	Latossolo	São João Evangelista-MG
4	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
5	Latossolo	São João Evangelista-MG
6	Latossolo	São João Evangelista-MG
7	Latossolo	Una-BA
8	Cambissolo	Viçosa-MG
9	Chernossolo	Itaju do Colônia-BA
10	Vertissolo	Itaju do Colônia-BA
11	Planossolo	Itaju do Colônia-BA
12	Neossolo	Ilhéus-BA
13	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
14	Latossolo	Sete Lagoas-MG
15	Latossolo	São João Evangelista-MG
16	Latossolo	São João Evangelista-MG
17	Latossolo	São João Evangelista-MG
18	Latossolo	São João Evangelista-MG
19	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
20	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
21	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
22	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
23	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
24	Argissolo	Mascote-BA
25	Latossolo	São João Evangelista-MG
26	Latossolo	São João Evangelista-MG
27	Latossolo	São João Evangelista-MG
28	Latossolo	Peçanha-MG
29	Latossolo	Sete Lagoas-MG
30	Latossolo	São João Evangelista-MG
31	Latossolo	São João Evangelista-MG
32	Latossolo	São João Evangelista-MG
33	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
34	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
35	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG
36	Latossolo	Senhora de Oliveira-MG

Quadro 2. Características físicas e químicas dos solos sob pastagens

Característica	Solo											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Equivalente de umidade (kg/kg)	0,27	0,26	0,27	0,29	0,33	0,41	0,27	0,16	0,12	0,14	0,15	0,07
Areia grossa (%) ⁽¹⁾	37	32	33	23	30	20	27	53	29	42	42	60
Areia fina (%) ⁽¹⁾	7	6	6	10	4	9	16	15	48	25	22	31
Silte (%) ⁽¹⁾	12	11	9	9	14	26	16	8	11	19	20	2
Argila (%) ⁽¹⁾	44	51	52	58	52	45	41	24	12	14	16	7
Densidade do solo (kg/dm ³) ⁽²⁾	0,99	0,98	0,95	0,95	0,94	0,79	1,04	1,24	1,29	1,45	1,29	1,43
pH em H ₂ O (1:2,5)	6,3	5,1	5,9	4,5	5,9	5,7	6,8	4,4	6,1	6,2	6,4	4,6
P (mg/dm ³) ⁽³⁾	10,0	2,7	4,9	2,2	5,9	2,5	17,7	2,8	68,7	7,8	8,8	4,6
K (mg/dm ³) ⁽³⁾	87	40	53	13	77	28	249	32	503	51	54	19
Ca ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	5,17	1,72	2,91	0,21	2,87	2,08	8,16	0,88	2,62	4,05	4,13	0,57
Mg ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	1,75	0,68	1,04	0,02	1,03	0,46	2,22	0,47	2,42	2,61	4,86	0,20
Al ³⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	0,00	0,34	0,07	0,54	0,05	0,79	0,00	3,15	0,00	0,00	0,00	0,82
H + Al (cmol _c /dm ³) ⁽⁵⁾	4,22	6,27	5,61	4,82	4,13	4,88	1,98	9,50	0,86	3,83	2,24	5,48
CTC a pH 7,0 (cmol _c /dm ³)	11,36	8,77	9,70	5,08	8,22	7,49	13,00	10,93	7,18	10,62	11,38	6,29
V (%)	62,9	28,5	42,2	5,2	49,8	34,9	84,8	13,1	88,0	63,9	80,3	12,9
MO (dag/kg) ⁽⁶⁾	5,10	3,22	3,96	1,48	3,29	4,63	6,58	2,08	0,40	1,88	1,75	1,68
P-rem (mg/L) ⁽⁷⁾	23,0	17,0	19,8	10,9	27,0	14,1	23,0	9,9	53,6	48,4	45,8	36,7
Fe (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	208	208	198	419	449	913	331	551	275	265	599	329
Zn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	9,2	2,5	6,2	0,1	6,5	5,7	14,6	0,5	4,0	1,7	5,7	0,1
Cu (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	0,8	0,7	0,7	2,3	2,0	4,9	2,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Mn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	74	22	37	12	72	149	80	1	108	66	101	0

⁽¹⁾ EMBRAPA, 1997; ⁽²⁾ Método da proveta; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-1 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁴⁾ Extrator KCl 1,0 mol/L (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁵⁾ Extrator acetato de cálcio 0,5 mol/L pH 7,0 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁶⁾ MO = CO x 1,724, Método Walkley & Black (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁷⁾ P remanescente (Alvarez V. et al., 2000); ⁽⁸⁾ Extrator Mehlich-1 (EMBRAPA, 1999).

Quadro 3. Características físicas e químicas dos solos sob florestas

Característica	Solo											
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Equivalente de umidade (kg/kg)	0,33	0,35	0,26	0,29	0,24	0,29	0,32	0,30	0,26	0,32	0,29	0,26
Areia grossa (%) ⁽¹⁾	27	12	32	22	37	35	26	28	26	21	31	22
Areia fina (%) ⁽¹⁾	7	7	6	7	6	8	10	9	8	9	11	20
Silte (%) ⁽¹⁾	9	59	0	3	7	12	10	10	8	12	20	32
Argila (%) ⁽¹⁾	57	22	62	68	50	45	54	53	58	58	38	26
Densidade do solo (kg/dm ³) ⁽²⁾	0,87	0,89	1,00	0,93	0,99	0,94	0,84	0,91	0,95	0,89	0,92	1,00
pH em H ₂ O (1:2,5)	4,3	5,3	4,3	4,3	4,7	4,3	4,3	4,4	4,3	4,2	4,4	5,7
P (mg/dm ³) ⁽³⁾	3,5	4,7	2,2	2,1	2,4	2,9	3,6	2,1	1,6	2,6	1,5	8,7
K (mg/dm ³) ⁽³⁾	40	87	33	29	43	29	38	25	34	41	15	70
Ca ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	0,53	3,17	0,44	0,41	0,75	0,39	0,24	0,16	0,14	0,15	0,16	3,54
Mg ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	0,15	0,54	0,10	0,09	0,20	0,07	0,12	0,07	0,08	0,10	0,04	1,62
Al ³⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	1,73	0,31	1,26	1,52	0,71	1,14	1,25	0,99	1,29	1,45	1,00	0,24
H + Al (cmol _c /dm ³) ⁽⁵⁾	14,92	7,49	10,03	11,48	7,13	10,10	10,63	7,79	11,09	15,18	6,73	8,18
CTC a pH 7,0 (cmol _c /dm ³)	15,70	11,42	10,66	12,08	8,19	10,63	11,08	8,08	11,39	15,53	6,97	13,52
V (%)	5,0	34,4	5,9	4,8	13,0	5,0	4,1	3,6	2,7	2,3	3,4	39,5
MO (dag/kg) ⁽⁶⁾	7,59	5,55	3,90	5,31	3,02	4,43	6,18	3,22	5,24	1,95	2,75	4,87
P-rem (mg/L) ⁽⁷⁾	6,6	12,2	10,5	9,2	18,5	12,4	9,1	12,7	7,9	3,6	12,3	33,0
Fe (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	159	85	307	295	228	376	556	450	346	223	706	190
Zn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	0,2	1,3	1,3	1,1	0,1	0,3	0,4	0,0	0,1	0,2	0,0	6,0
Cu (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	0,3	0,2	0,1	0,0	1,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,2	0,6
Mn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	17	60	8	5	11	1	5	11	4	9	15	366

⁽¹⁾ EMBRAPA, 1997; ⁽²⁾ Método da proveta; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-1 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁴⁾ Extrator KCl 1,0 mol/L (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁵⁾ Extrator acetato de cálcio 0,5 mol/L pH 7,0 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁶⁾ MO = CO x 1,724, Método Walkley & Black (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁷⁾ P remanescente (Alvarez V. et al., 2000); ⁽⁸⁾ Extrator Mehlich-1 (EMBRAPA, 1999).

Quadro 4. Características físicas e químicas dos solos sob agricultura

Característica	Solo											
	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
Equivalente de umidade (kg/kg)	0,25	0,28	0,24	0,37	0,34	0,25	0,27	0,11	0,30	0,39	0,37	0,31
Areia grossa (%) ⁽¹⁾	36	27	37	27	10	50	28	72	33	15	31	40
Areia fina (%) ⁽¹⁾	8	7	8	9	4	6	6	5	7	4	11	8
Silte (%) ⁽¹⁾	16	9	15	22	64	12	9	6	9	16	16	12
Argila (%) ⁽¹⁾	40	57	40	42	22	32	57	17	51	65	42	40
Densidade do solo (kg/dm ³) ⁽²⁾	1,05	0,98	0,95	0,88	1,11	1,10	0,96	1,24	0,94	0,86	0,84	0,96
pH em H ₂ O (1:2,5)	6,1	6,0	6,1	6,9	6,2	6,7	5,4	5,8	4,7	4,7	4,7	4,9
P (mg/dm ³) ⁽³⁾	14,8	4,2	5,8	173,3	18,9	353,6	3,1	6,4	3,4	8,3	3,7	6,3
K (mg/dm ³) ⁽³⁾	86	47	41	493	244	179	109	41	59	54	40	27
Ca ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	3,45	3,47	3,29	9,03	4,41	6,58	1,86	2,00	0,92	0,88	0,71	1,05
Mg ²⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	0,95	1,08	0,73	2,74	0,81	1,05	0,72	0,50	0,44	0,19	0,20	0,30
Al ³⁺ (cmol _c /dm ³) ⁽⁴⁾	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,06	0,09	0,00	0,58	0,86	0,55	0,29
H + Al (cmol _c /dm ³) ⁽⁵⁾	3,76	6,93	3,50	1,78	5,35	1,52	4,16	1,98	6,47	6,86	6,80	5,21
CTC a pH 7,0 (cmol _c /dm ³)	8,38	11,60	7,62	14,82	11,19	9,61	7,02	4,58	7,98	8,07	7,82	6,63
V (%)	55,1	40,3	54,1	88,0	52,2	84,2	40,7	56,8	19,0	15,0	13,0	21,4
MO (dag/kg) ⁽⁶⁾	2,96	4,50	3,09	6,38	6,65	3,09	3,49	0,94	2,69	3,09	3,90	2,49
P-rem (mg/L) ⁽⁷⁾	30,2	19,2	29,2	34,9	27,1	51,4	21,9	44,4	19,9	15,2	15,8	22,2
Fe (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	227	227	351	121	66	156	197	88	327	332	1520	482
Zn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	6,6	3,1	4,9	30,7	5,3	32,0	6,0	5,0	0,3	0,3	1,6	0,4
Cu (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	4,2	0,1	2,0	4,2	0,2	13,5	4,6	5,2	1,7	1,3	2,3	2,3
Mn (mg/dm ³) ⁽⁸⁾	102	30	101	283	49	89	16	124	17	24	50	28

⁽¹⁾ EMBRAPA, 1997; ⁽²⁾ Método da proveta; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-1 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁴⁾ Extrator KCl 1,0 mol/L (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁵⁾ Extrator acetato de cálcio 0,5 mol/L pH 7,0 (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁶⁾ MO = CO x 1,724, Método Walkley & Black (Defelipo & Ribeiro, 1997); ⁽⁷⁾ P remanescente (Alvarez V. et al., 2000); ⁽⁸⁾ Extrator Mehlich-1 (EMBRAPA,1999)

3.2. Análises químicas

3.2.1. Extração

3.2.1.1. Mehlich-1, KCl 1,0 mol/L e Mehlich-3

Nas subamostras, procedeu-se à extração dos elementos utilizando 5 cm³ de TFSA com 50 mL de extrator, sendo usados: Mehlich-1 (H₂SO₄ 0,0125 mol/L e HCl 0,05 mol/L), para extração de P, K, Fe, Zn, Cu e Mn disponíveis; KCl 1,0 mol/L para Ca, Mg, Al, trocáveis; Mehlich-3 (CH₃COOH 0,2 mol/L, NH₄NO₃ 0,25 mol/L, NH₄F 0,015 mol/L, HNO₃ 0,013 mol/L e EDTA 0,001 mol/L, com pH ajustado em 2,5), para P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn disponíveis. Após a adição do extrator ao solo, agitou-se por 5 min em agitador horizontal a 220 rpm, deixando decantar por 16 h. O extrato foi obtido após filtração utilizando papel-filtro de filtração rápida.

3.2.1.2. DTPA-TEA

Para extração de Fe, Zn, Cu e Mn disponíveis com DTPA-TEA (DTPA 0,005 mol/L, trietanolamina 0,1 mol/L e CaCl₂ 0,01 mol/L, com pH ajustado em 7,3), foram utilizados 20 cm³ de TFSA para 40 mL de extrator. Após a adição do extrator ao solo, agitou-se por 2 h em agitador horizontal a 220 rpm, obtendo-se o extrato, imediatamente após a agitação, através da filtração com papel-filtro de filtração lenta.

3.2.2. Dosagem

3.2.2.1. Espectrofotometria de absorção molecular

O método espectrofotométrico de absorção molecular (EAM), também chamado de método colorimétrico, foi utilizado para a dosagem de P. As leituras foram realizadas em um espectrofotômetro GBC modelo 911A UV-Visível, utilizando o comprimento de onda 725 nm. Para P extraído com Mehlich-1, adicionou-se aos 5 mL do extrato, 5 mL de reagente de trabalho (RT₁), de acordo com Braga & Defelipo (1974). Para P extraído com Mehlich-3, adicionou-se aos 3 mL do extrato, 5 mL de reagente de trabalho (RT₂). As curvas de calibração encontram-se nos quadros 5 e 6.

Quadro 5. Curva de calibração do espectrofotômetro de absorção molecular para leitura de P em extratos de Mehlich-1 na relação solo:extrator 1:10

Concentração de P ⁽¹⁾	Alíquota				
	SP ⁽²⁾	H ₂ O	M-1 (2x) ⁽³⁾	RT ₁ ⁽⁴⁾	Total
mg/L	mL				
0,0	0,0	2,5	2,5	5,0	10,0
0,2	0,5	2,0	2,5	5,0	10,0
0,4	1,0	1,5	2,5	5,0	10,0
0,6	1,5	1,0	2,5	5,0	10,0
0,8	2,0	0,5	2,5	5,0	10,0
1,0	2,5	0,0	2,5	5,0	10,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão contendo 4,0 mg/L de P; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-1 com o dobro da concentração; ⁽⁴⁾ Reagente de trabalho para 10 mL de solução de leitura: 1,6 g de Vitamina C e 200 mL de solução 725¹ para 1 L (Braga & Defelipo, 1974).

¹ Solução contendo 1 g de subcarbonato de bismuto, 138 mL de H₂SO₄ concentrado e 20 g de (NH₄)₆Mo₇O₂₄*4H₂O para 1 L (Braga & Defelipo, 1974).

Quadro 6. Curva de calibração do espectrofotômetro de absorção molecular para leitura de P em extratos de Mehlich-3 na relação solo:extrator 1:10

Concentração de P ⁽¹⁾	Alíquota				
	SP ⁽²⁾	H ₂ O	M-3 (2x) ⁽³⁾	RT ₂ ⁽⁴⁾	Total
mg/L	----- mL -----				
0,0	0,0	1,5	1,5	5,0	8,0
0,2	0,2	1,3	1,5	5,0	8,0
0,4	0,4	1,1	1,5	5,0	8,0
0,6	0,6	0,9	1,5	5,0	8,0
0,8	0,8	0,7	1,5	5,0	8,0
1,0	1,0	0,5	1,5	5,0	8,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão contendo 8,0 mg/L de P; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-3 com o dobro da concentração; ⁽⁴⁾ Reagente de trabalho para 8 mL de solução de leitura: 1,28 g de Vitamina C e 160 mL de solução 725 para 1 L (Braga & Defelipo, 1974).

3.2.2.2. Fotometria de emissão em chama

Para a dosagem de K por fotometria de emissão em chama (FEC), utilizou-se um fotômetro Corning modelo 400. As leituras foram feitas diretamente no extrato, quando não houve necessidade de diluição. A curva de calibração utilizada encontra-se no quadro 7.

3.2.2.3. Espectrofotometria de absorção atômica

As determinações de Ca e Mg, extraídos com KCl 1,0 mol/L e Mehlich-3, e Fe, Zn, Cu e Mn extraídos com Mehlich-1, Mehlich-3 e DTPA-TEA foram realizadas por espectrofotometria de absorção atômica (Quadro 8).

Quadro 7. Curva de calibração do fotômetro de chama para leitura de K em extratos de Mehlich-1 ou Mehlich-3, na relação solo:extrator 1:10

Concentração de K ⁽¹⁾	Alíquota			
	SP ⁽²⁾	H ₂ O	Extr (2x) ⁽³⁾	Total
mg/L	mL			
0,0	0,0	5,0	5,0	10,0
2,0	1,0	4,0	5,0	10,0
4,0	2,0	3,0	5,0	10,0
6,0	3,0	2,0	5,0	10,0
8,0	4,0	1,0	5,0	10,0
10,0	5,0	0,0	5,0	10,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão contendo 20,0 mg/L de K; ⁽³⁾ Extratores Mehlich-1 ou Mehlich-3 com o dobro da concentração.

Quadro 8. Condições operacionais usadas para a leitura de Ca, Mg, Fe, Zn, Cu e Mn no EAA⁽¹⁾.

Condição	Ca	Mg	Fe	Zn	Cu	Mn
Comprimento de onda, nm	422,7	285,2	248,3	213,9	324,7	279,8
Vazão do acetileno, L/min	0,50	0,70	0,80	0,81	0,7	0,82
Vazão do ar comprimido, L/min	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Largura da fenda (nm)	0,5	0,5	0,2	0,5	0,5	0,2
Altura da fenda	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal
Modo de medida	Integr.	Integr.	Integr.	Integr.	Integr.	Integr.
Tempo de leitura (s)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Nº de repetições	2	2	2	2	2	2
Ângulo do queimador (°)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Corrente da lâmpada (mA)	10,0	3,0	7,0	5,0	3,0	5,0

⁽¹⁾ Espectrofotômetro de absorção atômica, marca GBC, modelo 908 AA.

Para as determinações de Ca e Mg foram tomadas alíquotas de 2 mL do extrato e adicionados 20 mL de cloreto de estrôncio, de maneira que nos 22 mL de solução de leitura, a concentração de Sr fosse de 1.600 mg/L.

Para as determinações de Fe, Zn, Cu e Mn, foram realizadas leituras diretamente do próprio extrato.

As curvas de calibração para Ca e Mg e para Fe, Zn, Cu e Mn, encontram-se nos quadros 9 e 10 respectivamente.

Quadro 9. Curva de calibração do espectrofotômetro de absorção atômica para leitura de Ca e Mg em extratos de KCl 1,0 mol/L ou Mehlich-3, na relação solo:extrator 1:10

Concentração ⁽¹⁾		Alíquota				
Ca	Mg	SP ⁽²⁾	H ₂ O	Extr(2x) ⁽³⁾	RT ⁽⁴⁾	Total
----- mg/L -----		----- mL -----				
0,0	0,0	0,0	1,0	1,0	20,0	22,0
1,0	0,1	0,2	0,8	1,0	20,0	22,0
2,0	0,2	0,4	0,6	1,0	20,0	22,0
3,0	0,3	0,6	0,4	1,0	20,0	22,0
4,0	0,4	0,8	0,2	1,0	20,0	22,0
5,0	0,5	1,0	0,0	1,0	20,0	22,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 110,0 mg/L de Ca e 11,0 mg/L de Mg; ⁽³⁾ Extratores KCl ou Mehlich-3 com o dobro da concentração; ⁽⁴⁾ Solução de SrCl₂ contendo 1.760 mg/L de Sr.

3.2.2.4. Titulometria (TIT)

A acidez trocável (Al³⁺) foi determinada pela neutralização de 25 mL do extrato com NaOH 0,025 mol/L, utilizando azul de bromotimol como indicador. A solução de NaOH 0,025 mol/L foi padronizada usando 20 mL de solução de biftalato de potássio (KHC₈H₄O₄), padrão primário, conforme Defilipo & Ribeiro (1997).

Quadro 10. Curva de calibração do espectrofotômetro de absorção atômica para leitura de Fe, Zn, Cu e Mn em extratos de Mehlich-1 ou Mehlich-3 ou DTPA-TEA, na relação solo:extrator 1:10, para Mehlich-1 e Mehlich-3 e 1:2 para DTPA-TEA

Concentração ⁽¹⁾				Alíquota				
Fe	Zn	Cu	Mn	SP ⁽²⁾	H ₂ O	Extr ⁽³⁾	H ₂ O	Total
-----mg/L-----				-----mL-----				
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	5,0	10,0	5,0	20,0
2,0	0,4	1,0	1,0	1,0	4,0	10,0	5,0	20,0
4,0	0,8	2,0	2,0	2,0	3,0	10,0	5,0	20,0
6,0	1,2	3,0	3,0	3,0	2,0	10,0	5,0	20,0
8,0	1,6	4,0	4,0	4,0	1,0	10,0	5,0	20,0
10,0	2,0	5,0	5,0	5,0	0,0	10,0	5,0	20,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 40,0 mg/L de Fe, 8,0 mg/L de Zn, 20,0 mg/L de Cu e 20,0 mg/L de Mn; ⁽³⁾ Extratores Mehlich-1 ou Mehlich-3 ou DTPA-TEA com o dobro da concentração.

3.2.2.5 Espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido

Um espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido da marca Perkin Elmer, modelo Optima 3300 DV (Quadro 11), foi utilizado para as dosagens de todos os elementos estudados. No ICP foram dosados, também, os teores de Fe, Zn, Cu e Mn no extrato de KCl 1,0 mol/L, a fim de verificar a contribuição desses cátions na geração da acidez trocável, nos solos estudados.

3.3. Ajuste do método ICP-OES

3.3.1. Preparo das curvas de calibração

Para a definição dos pontos das curvas de calibração, (Quadros 12, 13, 14 e 15), foram considerados os teores médios dos elementos dosados por métodos de rotina, bem como a faixa ótima de detecção do ICP. O

extrato de KCl 1,0 mol/L foi diluído 4 vezes com água ultra-pura², a fim de não causar entupimentos nem desgastes dos componentes do aparelho por acúmulo de sais. O uso de extratores mais concentrados ou menos concentrados na curva deveu-se à necessidade de minimizar os efeitos de matriz³.

Quadro 11. Condições operacionais para a leitura de P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn no ICP⁽¹⁾

Condição	Valor
Vazão do argônio, L/min	15,0
Vazão do nitrogênio, L/min	0,5
Vazão de ar comprimido, L/min	0,6
Vazão da amostra, mL/min	2,5
Tempo de equilíbrio, s	15
Modo de medida	Área do pico do espectro
Tempo de leitura, s	25
Tempo de lavagem, s	10
Nº de repetições	3
Potência, W	1.300

⁽¹⁾ Espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido, marca Perkin Elmer, modelo Optima 3300 DV.

Para o preparo das curvas de calibração de todos os métodos de dosagens, utilizou-se, para os elementos Fe, Zn Cu e Al, soluções-padrão de 1.000 mg/L da linha Titrisol, da Merck. Para os demais elementos, foram utilizados sais, também da marca Merck. Foram preparadas soluções-padrão-estoque de cada elemento contendo 1.000 mg/L em água ultra-pura. As soluções-padrão-multielementar foram preparadas a partir dessas soluções contendo 1.000 mg/L, e também de soluções-padrão-intermediário de 25 mg/L.

² Purificador Milli-Q Synthesis.

Quadro 12. Curva de calibração do espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido para leitura de P, K, Fe, Zn, Cu e Mn em extrato de Mehlich-1, na relação solo:extrator 1:10

Concentração ⁽¹⁾						Alíquota				
P	K	Fe	Zn	Cu	Mn	SP ⁽²⁾	H ₂ O	M-1(2x) ⁽³⁾	H ₂ O	Total
mg/L						mL				
0,0	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	0,0	5,0	10,0	5,0	20,0
0,4	5,0	5,0	0,4	0,02	4,0	1,0	4,0	10,0	5,0	20,0
0,8	10,0	10,0	0,8	0,04	8,0	2,0	3,0	10,0	5,0	20,0
1,2	15,0	15,0	1,2	0,06	12,0	3,0	2,0	10,0	5,0	20,0
1,6	20,0	20,0	1,6	0,08	16,0	4,0	1,0	10,0	5,0	20,0
2,0	25,0	25,0	2,0	0,10	20,0	5,0	0,0	10,0	5,0	20,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 8,0 mg/L de P, 100,0 mg/L de K, 100,0 mg/L de Fe, 8,0 mg/L de Zn, 0,4 mg/L de Cu e 80,0 mg/L de Mn; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-1 com o dobro da concentração.

Quadro 13. Curva de calibração do espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido para leitura de P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn em extrato de Mehlich-3, na relação solo:extrator 1:10

Concentração ⁽¹⁾									Alíquota				
P	K	Ca	Mg	Al	Fe	Zn	Cu	Mn	SP ⁽²⁾	H ₂ O	M-3(2x) ⁽³⁾	H ₂ O	Total
----- mg/L -----									----- mL -----				
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	0,0	5,0	10,0	5,0	20,0
0,4	5,0	10,0	4,0	20,0	5,0	0,2	0,02	2,0	1,0	4,0	10,0	5,0	20,0
0,8	10,0	20,0	8,0	40,0	10,0	0,4	0,04	4,0	2,0	3,0	10,0	5,0	20,0
1,2	15,0	30,0	12,0	60,0	15,0	0,6	0,06	6,0	3,0	2,0	10,0	5,0	20,0
1,6	20,0	40,0	16,0	80,0	20,0	0,8	0,08	8,0	4,0	1,0	10,0	5,0	20,0
2,0	25,0	50,0	20,0	100,0	25,0	1,0	0,10	10,0	5,0	0,0	10,0	5,0	20,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 8,0 mg/L de P, 100,0 mg/L de K, 200 mg/L de Ca, 80 mg/L de Mg, 400 mg/L de Al, 100,0 mg/L de Fe, 4,0 mg/L de Zn, 0,4 mg/L de Cu e 40,0 mg/L de Mn; ⁽³⁾ Extrator Mehlich-3 com o dobro da concentração.

Quadro 14. Curva de calibração do espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido para leitura de Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn em extrato de KCl 1,0 mol/L, na relação solo:extrator 1:10, para uma diluição do extrato de 4 vezes

Concentração ⁽¹⁾							Alíquota			
Ca	Mg	Al	Fe	Zn	Cu	Mn	SP ⁽²⁾	H ₂ O	KCl(x/2) ⁽³⁾	Total
mg/L							mL			
0,0	0,0	0,0	0,00	0,00	0,000	0,0	0,0	10,0	10,0	20,0
4,0	1,0	0,5	0,02	0,01	0,005	0,1	2,0	8,0	10,0	20,0
8,0	2,0	1,0	0,04	0,02	0,010	0,2	4,0	6,0	10,0	20,0
12,0	3,0	1,5	0,06	0,03	0,015	0,3	6,0	4,0	10,0	20,0
16,0	4,0	2,0	0,08	0,04	0,020	0,4	8,0	2,0	10,0	20,0
20,0	5,0	2,5	0,10	0,05	0,025	0,5	10,0	0,0	10,0	20,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 40,0 mg/L de Ca, 10,0 mg/L de Mg, 5,0 mg/L de Al, 0,2 mg/L de Fe, 0,1 mg/L de Zn, 0,05 mg/L de Cu e 1,0 mg/L de Mn; ⁽³⁾ KCl 0,5 mol/L.

Quadro 15. Curva de calibração do espectrofotômetro de emissão ótica em plasma induzido para leitura de Fe, Zn, Cu e Mn em extrato de DTPA-TEA, na relação solo:extrator 1:2

Concentração ⁽¹⁾				Alíquota				
Fe	Zn	Cu	Mn	SP ⁽²⁾	H ₂ O	Extr(2x) ⁽³⁾	H ₂ O	Total
----- mg/L -----				----- mL -----				
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	5,0	10,0	5,0	20,0
10,0	2,0	1,0	5,0	1,0	4,0	10,0	5,0	20,0
20,0	4,0	2,0	10,0	2,0	3,0	10,0	5,0	20,0
30,0	6,0	3,0	15,0	3,0	2,0	10,0	5,0	20,0
40,0	8,0	4,0	20,0	4,0	1,0	10,0	5,0	20,0
50,0	10,0	5,0	25,0	5,0	0,0	10,0	5,0	20,0

⁽¹⁾ Concentração da solução de leitura; ⁽²⁾ Solução padrão multielementar contendo 200,0 mg/L de Fe, 40,0 mg/L de Zn, 20,0 mg/L de Cu e 100,0 mg/L de Mn; ⁽³⁾ Extrator DTPA-TEA com o dobro da concentração.

3.3.2. Definição dos comprimentos de onda

Para a definição dos comprimentos de onda e identificação das interferências, foram testados, inicialmente, todos os comprimentos de ondas disponibilizados pelo aparelho. Procedeu-se, então, para cada elemento, ao traçado do espectro de uma solução contendo apenas o analito¹, a fim de identificar e ajustar o pico de emissão do elemento. Posteriormente, fez-se a leitura do branco, de uma amostra e do ponto máximo da curva de calibração, a fim de verificar possíveis interferências espectrais e se possível minimizá-las, fazendo-se ajustes nas linhas de base, delimitando a área do pico. Após esses ajustes, fez-se a leitura da curva de calibração e foram selecionados os comprimentos de onda que apresentaram o coeficiente de determinação do modelo linear mais próximo de 1 e com o mínimo de interferências espectrais.

¹ Espécie química que tem sua presença detectada ou sua concentração determinada na análise.

Após a leitura de 10 séries, utilizando três amostras e três repetições de cada amostra por série, selecionou-se, para cada elemento, um único comprimento de onda, escolhido pelo critério da ausência ou da mínima interferência espectral, com boa precisão e reprodutibilidade. A opção por apenas um comprimento de onda por elemento e apenas um plano de visão² objetivou reduzir o tempo de leitura e de interpretação de espectros e com isso minimizar o consumo de gás e, conseqüentemente, diminuir o custo da análise.

Para cada extrator utilizado, foram feitos novos ajustes, seguindo os mesmos procedimentos descritos anteriormente.

3.4. Avaliação da precisão e da reprodutibilidade dos métodos

Para avaliação da precisão, que diz respeito a repetibilidade dentro de uma série de análises e da reprodutibilidade, que se refere a medida da aproximação dos resultados médios obtidos com o mesmo método e a mesma amostra sob diferentes séries de análises, foram realizadas análises nos solos de nº 7, 14 e 17, por apresentarem ampla variação em suas características químicas. Os tratamentos corresponderam às três amostras de solo, que foram analisadas com três repetições por série, num total de 10 séries estratificadas no tempo de 24 horas. Nos extratos do solo foram realizadas análises de P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Cu, Mn e Zn. Para cada elemento foi feita análise de variância e calculado o coeficiente de variação, que representou a precisão.

Para a determinação da reprodutibilidade, utilizou-se o desvio padrão entre as diferentes séries, calculado com as médias das repetições, sendo o desvio padrão, também utilizado para calcular o valor de $R = 2 \sqrt{2} \times S$, que representa a tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries de análises (Reeuwijk & Houba, 1998).

² Posicionamento do detector de radiação do ICP em relação à tocha. Pode ser axial ou radial.

3.5. Comparação dos métodos de dosagens

Foram comparados os teores obtidos pelo ICP-OES com os métodos usuais de rotina, para as amostras de cada grupo de solos (floresta, pastagem e agricultura) (Quadro 16).

Os tratamentos foram arrançados em esquema fatorial 2×36 , dispostos em blocos casualizados com quatro repetições. Os fatores corresponderam aos dois métodos de dosagem e aos 36 solos, sendo cada elemento, dentro de cada método de extração, submetido à análise de variância (Quadro 17).

Foi aplicado também, para cada elemento, o procedimento estatístico proposto por Leite & Oliveira (2002), para testar a identidade de dois métodos analíticos. Segundo os autores, os métodos são considerados estatisticamente iguais se, simultaneamente, após o ajuste da regressão linear, $Y = \beta_0 + \beta_1 X + \epsilon$, β_0 for igual a zero e β_1 for igual a 1, estando o valor de r próximo a 1. Para testar as hipóteses $H_0: \beta = [0 \ 1]$, $H_0: \beta_0 = 0$ e avaliar o coeficiente de correlação linear r , o procedimento combina a estatística F , modificada por Graybill (1976), o teste do erro médio, e o coeficiente de correlação linear. Baseado nestas informações segue a regra decisória para testar a hipótese de identidade entre os dois métodos (Quadro 18). Sendo Y_i e Y_j , dois vetores de dados, em que i indica o método padrão e j indica o método alternativo, tem-se:

$$Y_i = \begin{pmatrix} 1 & Y_{i1} \\ 1 & Y_{i2} \\ \vdots & \vdots \\ \vdots & \vdots \\ 1 & Y_{in} \end{pmatrix} ; \quad Y_j = \begin{pmatrix} Y_{j1} \\ Y_{j2} \\ \vdots \\ \vdots \\ Y_{jn} \end{pmatrix} ;$$

A relação entre Y_i e Y_j pode ser expressa, de forma matricial, por $Y_j = Y_i + \epsilon$, onde:

$$\hat{a} = \begin{pmatrix} \hat{a}_0 \\ \hat{a}_1 \end{pmatrix}; \quad \hat{a} = \begin{pmatrix} \hat{a}_1 \\ \hat{a}_2 \\ \vdots \\ \hat{a}_n \end{pmatrix}.$$

De acordo com a hipótese, $F(H_0) = [(Y_j' - Y_i')(Y_j - Y_i)] / 2 \text{ QMR}$, para $F(2, n - 2 \text{ g.l.})$ em que

$$\hat{a} = \begin{pmatrix} \hat{a}_0 \\ \hat{a}_1 \end{pmatrix}, \quad \epsilon = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \quad \text{e} \quad Y_j' Y_i = \begin{pmatrix} n & \sum Y_i \\ \sum Y_i & \sum Y_i^2 \end{pmatrix}.$$

QMR é o quadrado médio do resíduo da regressão $y_j = a_0 + a_1 x_j$, onde y_j refere-se ao método alternativo, no caso o ICP-OES e x_j refere-se ao método padrão, no caso o método de rotina. Deste modo, com $n - 2$ graus de liberdade e um nível de significância, testa-se a hipótese $H_0: \epsilon = [0 \ 1]$. Se $F(H_0) > F(2, n - 2 \text{ g.l.})$, a hipótese é rejeitada. Por outro lado, se $F(H_0) < F(2, n - 2 \text{ g.l.})$, a hipótese não é rejeitada e admite-se a igualdade entre os dois métodos, para um nível de significância.

O valor do erro médio ($\bar{\epsilon}$) é calculado pela expressão $\bar{\epsilon} = [(\sum y_j - \sum x_j) / \sum x_j] / n$. Considerando que os erros $e_i = (y_j - x_j) / x_j$ seguem uma distribuição normal e que j indica o método alternativo e i o método padrão, a hipótese $H_0: \bar{\epsilon} = 0$ vs $H_a: \bar{\epsilon} \neq 0$, é testada, usando o teste t , dado por $t = (\bar{\epsilon} - 0) / S$, em que $S = S_e / (n)^{1/2}$, com $n - 1$ graus de liberdade. Se $t > t_{(n-1)}$, a hipótese H_0 é rejeitada. Por outro lado, se $t < t_{(n-1)}$ a diferença entre os dois métodos ocorreu por acaso e aceita-se a hipótese H_0 .

As diferenças absolutas entre os teores obtidos pelo ICP e pelos métodos de rotina foram correlacionadas com as características físicas e químicas das amostras de cada grupo de solos (sob pastagem, sob floresta e sob agricultura).

Quadro 16. Métodos analíticos para extração e dosagem de P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn

Elemento	Método de extração	Método de dosagem	
P	Mehlich-1	EAM ⁽¹⁾	ICP ⁽²⁾
	Mehlich-3	EAM	ICP
K	Mehlich-1	FEC ⁽³⁾	ICP
	Mehlich-3	FEC	ICP
Ca	KCl 1,0 mol/l	EAA ⁽⁴⁾	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
Mg	KCl 1,0 mol/l	EAA	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
Al	KCl 1,0 mol/L	TIT ⁽⁵⁾	ICP
	Mehlich-3	nd ⁽⁶⁾	ICP
Fe	Mehlich-1	EAA	ICP
	KCl 1,0 mol/L	nd	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
	DTPA-TEA	EAA	ICP
Zn	Mehlich-1	EAA	ICP
	KCl 1,0 mol/L	nd	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
	DTPA-TEA	EAA	ICP
Cu	Mehlich-1	EAA	ICP
	KCl 1,0 mol/L	nd	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
	DTPA-TEA	EAA	ICP
Mn	Mehlich-1	EAA	ICP
	KCl 1,0 mol/L	nd	ICP
	Mehlich-3	EAA	ICP
	DTPA-TEA	EAA	ICP

⁽¹⁾ Espectrofotometria de absorção molecular; ⁽²⁾ Espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido; ⁽³⁾ Fotometria de emissão em chama; ⁽⁴⁾ Espectrofotometria de absorção atômica; ⁽⁵⁾ Titulometria; ⁽⁶⁾ Não determinado pelos métodos de rotina.

Quadro 17. Esquema da análise de variância para cada elemento

Fonte de variação	Graus de liberdade
Blocos	3
Métodos	1
(GSP ⁽¹⁾ +GSF ⁽²⁾) vs GSA ⁽³⁾ d/ MR ⁽⁴⁾	1
GSP vs GSF d/ MR	1
SP ⁽⁵⁾ d/ MR	11
SF ⁽⁶⁾ d/ MR	11
SA ⁽⁷⁾ d/ MR	11
(GSP+GSF) vs GSA d/ ICP-OES	1
GSP vs GSF d/ ICP-OES	1
SP d/ ICP-OES	11
SF d/ ICP-OES	11
SA d/ ICP-OES	11
Resíduo	213

⁽¹⁾ Grupo de solos sob pastagem; ⁽²⁾ Grupo de solos sob floresta; ⁽³⁾ Grupo de solos sob agricultura; ⁽⁴⁾ Métodos de rotina; ⁽⁵⁾ Solos sob pastagem; ⁽⁶⁾ Solos sob floresta; ⁽⁷⁾ Solos sob agricultura.

Quadro 18. Regra de decisão para comparação de métodos

Situação	F(H ₀)	t	r	Decisão
1	ns	ns	$r \geq (1- \)$	$Y_j = Y_i$
2	ns	ns	$r \leq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
3	ns	*	$r \geq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
4	ns	*	$r \leq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
5	*	ns	$r \geq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
6	*	ns	$r \leq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
7	*	*	$r \geq (1- \)$	$Y_j > Y_i$
8	*	*	$r \leq (1- \)$	$Y_j > Y_i$

ns e * denotam, respectivamente, não significativo e significativo ao nível α de probabilidade.

Fonte: Leite & Oliveira (2002).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Definição dos comprimentos de onda do ICP

Os teores obtidos no ICP, pela utilização de diferentes comprimentos de onda e planos de visão, para cada método de extração de P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn, de cada um dos três solos analisados, mostraram-se, em diversas comparações, diferentes estatisticamente pelo teste t de Student a 5 % de significância (Quadros 19, 20, 21, 22 e 23).

Para Mehlich-1 e Mehlich-3 (Quadros 19 e 21), utilizou-se para P, apenas a leitura no plano axial, já que neste plano a intensidade de emissão detectada pelo ICP é maior, facilitando as correções das interferências espectrais provocadas principalmente pelo Cu. O comprimento de onda que menos sofreu interferências foi o 214,914 nm e por isso foi o escolhido, tanto para Mehlich-1, quanto para Mehlich-3 (Quadro 24).

Para K, o aparelho disponibilizou apenas os comprimentos de onda 766,551 nm e 404,721 nm, sendo baixa a emissão detectada para os teores de K normalmente encontrados em solos, no primeiro comprimento de onda, plano radial, e no segundo comprimento de onda, plano radial e axial, o que impediu uma boa correção das interferências espectrais. Por esse motivo, escolheu-se o comprimento de onda 766,551 nm, no plano axial, para a leitura dos extratos de Mehlich-1 e Mehlich-3 (Quadro 24).

Os picos de emissão de Ca, Mg e Al, para os comprimentos de onda previamente selecionados (Quadros 20 e 21), não apresentaram interferências espectrais nos extratos utilizados. As leituras de Ca (396,837 nm), em KCl 1,0 mol/L, Mg (280,271 nm), em Mehlich-3 e Al 396,153 (nm), em Mehlich-3, foram realizadas apenas no plano radial, pois no plano axial,

não se obteve leitura, devido a saturação das mesmas. Foram escolhidos os comprimentos de onda Ca (315,887 nm) e Mg (285,213 nm), para os extratores KCl 1,0 mol /L e Mehlich-3 e Al (396,153 nm) para KCl 1,0 mol/L e Al (394,401 nm) para Mehlich-3 (Quadro 24).

Os elementos Fe e Mn extraídos por Mehlich-1, KCl 1,0 mol/L, Mehlich-3 e DTPA-TEA, apresentaram os espectros bem definidos e sem interferências, para todos os comprimentos de onda selecionados previamente (Quadros 19, 20, 22 e 23). Pelo fato do KCl 1,0 mol/L, extrair apenas Fe e Mn trocáveis e ainda haver a necessidade de diluição do extrato para evitar entupimentos, devido ao acúmulo de sais, obtiveram-se concentrações baixas na solução de leitura, não sendo possível utilizar o plano radial, pois neste plano, as emissões detectadas nestes comprimentos de onda, sofreram interferências espectrais relevantes que comprometeram os resultados. Quando se trabalhou com os extratores Mehlich-1, KCl 1,0 mol/L e DTPA-TEA, as emissões com as menores interferências espectrais ocorreram em 259,929 nm para o Fe e em 259,372 nm para o Mn (Quadro 24), embora nos demais comprimentos de onda, as emissões tenham, também, sofrido baixas interferências. Para o Mehlich-3, a curva de calibração não apresentou um bom ajuste quando foram utilizados estes dois comprimentos de onda e por isso eles não foram selecionados. Para a leitura do extrato de Mehlich-3, foram selecionados os comprimentos de onda 234,349 nm para Fe e 260,568 nm para Mn (Quadro 24).

Zn e Cu, em virtude dos baixos teores normalmente encontrados nos solos, apresentaram suas emissões com muitas interferências, independente do extrator utilizado. A escolha do comprimento de onda para esses dois elementos foi priorizada pelo critério da máxima emissão ótica, sendo selecionados, para Mehlich-1, Mehlich-3 e DTPA-TEA, os comprimentos de onda 213,857 nm e 324,752 nm para Zn e Cu respectivamente (Quadro 24). Para Zn e Cu trocáveis, extraídos por KCl 1,0 mol/L, as interferências espectrais foram altíssimas, tornando os resultados pouco confiáveis (Quadro 20).

A escolha de se trabalhar apenas no plano de visão axial, deveu-se ao fato de agilizar as análises, haja visto que quando se trabalha nos dois planos de visão, as leituras deixam de ser simultâneas, aumentando o tempo, o consumo de gás e o custo da análise.

Quadro 19. Teores de nutrientes de três amostras de solo, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES⁽¹⁾

Nutriente	Plano de visão	Amostra			
		7	14	17	
	nm	----- mg/dm ³ -----			
P	213,617	A ⁽²⁾	20,26 b	6,89 b	2,48 b
	214,914	A	17,71 c	5,44 c	2,52 b
	178,221	A	23,48 a	9,79 a	5,20 a
K	766,551	A	352,0	131,0	62,6
Fe	238,204	A	411,3 b	104,4 a	271,9 a
		R ⁽³⁾	423,7 a	104,5 a	274,2 a
	239,562	A	410,1 b	103,1 a	271,5 a
		R	423,2 a	104,4 a	273,8 a
	259,939	A	411,8 b	104,0 a	271,6 a
		R	423,7 a	104,3 a	272,8 a
Zn	206,200	A	13,84 c	1,70 d	0,75 c
		R	14,76 b	2,12 b	1,10 a
	213,857	A	14,60 b	1,82 c	0,81 b
		R	16,25 a	2,54 a	1,11 a
	202,548	A	13,67 c	1,69 d	0,73 c
Cu	327,393	A	2,52 bc	0,76 b	1,66 b
		R	2,43 d	0,69 c	1,58 c
	324,752	A	2,59 b	0,81 a	1,68 b
		R	2,45 cd	0,76 b	1,61 c
	224,700	A	2,74 a	0,80 a	1,81 a
Mn	259,372	A	81,6 a	80,1 a	17,2 b
		R	82,3 a	80,3 a	17,9 a
	260,568	A	81,7 a	80,2 a	17,3 b
		R	81,8 a	80,0 a	17,5 ab
	294,920	A	81,2 a	79,7 a	17,7 ab
		R	81,9 a	80,1 a	17,7 ab

⁽¹⁾ Dez séries de análises com três repetições de cada amostra por série; ⁽²⁾ Plano axial; ⁽³⁾ Plano radial; ⁽⁴⁾ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste t de Student a 5 %, para pares de médias.

Quadro 20. Teores de nutrientes de três amostras de solo, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES⁽¹⁾

Nutriente	Plano de visão	Amostra			
		7	14	17	
	nm	----- cmol/dm ³ -----			
Ca ²⁺	317,933	A ⁽²⁾	8,18 a	4,00 a	0,99 a
		R ⁽³⁾	8,31 a	4,07 a	1,02 a
	315,887	A	8,18 a	3,99 a	0,99 a
		R	8,35 a	4,07 a	1,03 a
	396,837	R	8,17 a	3,98 a	0,97 a
Mg ²⁺	285,213	A	2,64 ab	0,71 ab	0,33 b
		R	2,77 a	0,73 ab	0,35 a
	280,271	A	2,53 b	0,70 b	0,33 b
		R	2,75 a	0,75 a	0,36 a
Al ³⁺	396,153	A	0,012 b	0,235 a	0,745 a
		R	0,015 b	0,236 a	0,757 a
	308,215	A	0,012 b	0,232 a	0,744 a
		R	0,025 a	0,250 a	0,777 a
	394,401	A	0,008 bc	0,230 a	0,744 a
		R	0,011 b	0,232 a	0,760 a
Fe ²⁺	238,204	A	0,0073 a	0,0076 a	0,0089 a
	239,562	A	0,0074 a	0,0076 a	0,0090 a
	259,939	A	0,0074 a	0,0076 a	0,0089 a
Zn ²⁺	206,200	A	0,0007 a	0,0009 a	0,0012 a
	213,857	A	0,0004 a	0,0005 a	0,0009 a
	202,548	A	0,0007 a	0,0008 a	0,0012 a
Cu ²⁺	224,700	A	0,0007 a	0,0005 a	0,0005 b
	222,778	A	0,0007 a	0,0005 a	0,0004 b
	221,459	A	0,0007 a	0,0005 a	0,0010 a
Mn ²⁺	257,610	A	0,0081 a	0,0645 a	0,0139 a
	259,372	A	0,0081 a	0,0645 a	0,0139 a
	260,568	A	0,0081 a	0,0644 a	0,0139 a

⁽¹⁾ Dez séries de análises com três repetições de cada amostra por série; ⁽²⁾ Plano axial; ⁽³⁾ Plano radial; ⁽⁴⁾ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste t de Student a 5 %, para pares de médias.

Quadro 21. Teores de macronutrientes e de Al de três amostras de solo, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES⁽¹⁾

Nutriente	Plano de visão	Amostra			
		7	14	17	
	nm	----- mg/dm ³ -----			
P	213,617	A ⁽²⁾	8,91 a	6,25 a	2,34 b
	214,914	A	7,28 c	5,03 c	2,18 c
	178,221	A	7,86 b	5,82 b	2,99 a
K	766,551	A	277,7 b	96,8 b	45,7 b
	404,721	A	418,2 a	161,3 a	235,5 a
Ca	315,887	A	2.177,8 b	740,6 a	118,9 a
		R ⁽³⁾	2.199,5 ab	737,7 a	116,8 a
	227,546	A	2.234,9 ab	725,1 a	108,6 a
		R	2.253,2 a	747,4 a	118,8 a
	317,933	R	2.192,8 ab	737,8 a	117,0 a
Mg	285,213	A	371,6 c	84,0 a	27,3 a
		R	401,4 a	80,1 b	26,4 a
	279,077	A	395,0 ab	80,4 b	27,2 a
		R	399,1 ab	79,9 b	26,4 a
	280,271	R	393,3 b	80,4 b	26,6 a
Al	308,215	A	1.070,5 b	1.935,0 b	1.961,3 b
		R	1.074,3 ab	1.940,1 b	1.952,0 b
	394,401	A	1.093,1 ab	1.967,3 a	1.990,3 ab
		R	1.075,1 ab	1.939,2 b	1.949,9 b
	237,313	A	1.093,8 a	1.978,3 a	1.999,2 a
		R	1.089,2 ab	1.970,1 a	1.989,7 ab
	396,153	R	1.071,4 b	1.925,5 b	1.934,1 b

⁽¹⁾ Dez séries de análises com três repetições de cada amostra por série; ⁽²⁾ Plano axial; ⁽³⁾ Plano radial; ⁽⁴⁾ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste t de Student a 5 %, para pares de médias.

Quadro 22. Teores de micronutrientes de três amostras de solo, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES⁽¹⁾

Nutr	nm	Plano de visão	Amostra		
			7	14	17
----- mg/dm ³ -----					
Fe	234,349	A ⁽²⁾	364,7 a	152,3 a	221,9 a
		R ⁽³⁾	369,7 a	152,8 a	221,9 a
	234,830	A	366,5 a	152,8 a	222,8 a
		R	368,7 a	152,3 a	222,8 a
	273,955	A	368,6 a	153,5 a	223,2 a
		R	368,0 a	151,4 a	220,5 a
238,204	A	364,6 a	153,3 a	222,6 a	
	R	368,6 a	151,9 a	221,8 a	
Zn	206,200	A	8,81 cd	1,15 d	0,61 c
		R	9,00 b	1,29 b	0,71 ab
	213,857	A	8,97 b	1,20 c	0,66 bc
		R	9,57 a	1,47 a	0,77 a
	202,548	A	8,71 d	1,13 d	0,60 c
		R	8,94 bc	1,23 bc	0,66 bc
Cu	324,752	A	0,87 b	0,41 bc	0,54 b
		R	0,81 c	0,36 d	0,50 bc
	224,700	A	1,02 a	0,45 a	0,63 a
		R	0,99 a	0,45 a	0,61 a
	222,778	A	0,76 c	0,37 c	0,50 bc
		R	0,73 c	0,30 de	0,50 bc
327,393	A	0,86 b	0,39 cd	0,54 b	
	R	0,75 c	0,29 e	0,48 c	
Mn	260,568	A	48,8 b	36,0 bc	7,1 b
		R	48,4 b	35,4 c	7,0 b
	294,920	A	48,9 b	36,0 bc	7,2 b
		R	48,4 b	35,3 c	7,1 b
	403,075	A	53,3 a	37,8 a	8,1 a
		R	50,0 a	36,1 b	7,1 b
257,610	A	49,1 b	36,2 b	7,1 b	
	R	48,6 b	35,4 c	7,0 b	

⁽¹⁾ Dez séries de análises com três repetições de cada amostra por série; ⁽²⁾ Plano axial; ⁽³⁾ Plano radial; ⁽⁴⁾ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste t de Student a 5 %, para pares de médias.

Quadro 23. Teores de nutrientes de três amostras de solo, extraídos com DTPA-TEA e dosados por ICP-OES⁽¹⁾

Nutriente	Plano de visão	Amostra			
		7	14	17	
	nm	----- mg/dm ³ -----			
Fe	238,204	A ⁽²⁾	114,7 a	56,6 a	89,2 a
		R ⁽³⁾	114,6 a	57,1 a	90,2 a
	239,562	A	114,7 a	56,4 a	89,1 a
		R	116,4 a	56,5 a	89,2 a
	259,939	A	115,0 a	56,6 a	89,3 a
		R	116,9 a	56,7 a	89,7 a
Zn	206,200	A	6,59 b	0,51 b	0,25 b
		R	6,69 ab	0,59 a	0,35 a
	213,857	A	6,78 a	0,43 d	0,16 d
		R	6,68 ab	0,49 bc	0,24 bc
	202,548	A	6,57 b	0,47 c	0,22 c
		R	6,65 ab	0,61 a	0,36 a
Cu	327,393	A	1,63 c	0,87 d	1,38 d
		R	1,62 c	0,86 d	1,35 d
	324,752	A	1,69 b	0,94 c	1,43 c
		R	1,69 b	0,98 b	1,45 bc
	224,700	A	1,73 b	0,99 ab	1,49 b
		R	1,81 a	1,05 a	1,56 a
Mn	257,610	A	13,1 a	17,5 a	2,8 c
		R	12,9 a	17,3 a	3,0 ab
	259,372	A	13,1 a	17,4 a	2,9 b
		R	12,9 a	17,2 a	3,1 a
	260,568	A	13,0 a	17,3 a	2,9 b
		R	12,9 a	17,3 a	3,0 b

⁽¹⁾ Dez séries de análises com três repetições de cada amostra por série; ⁽²⁾ Plano axial; ⁽³⁾ Plano radial; ⁽⁴⁾ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste t de Student a 5 %, para pares de médias.

Quadro 24. Comprimentos de onda selecionados para leitura no plano axial do ICP-OES, de acordo com o método de extração

Método	Nutriente		Método	Nutriente	
		nm			nm
Mehlich-1	P	214,914	Mehlich-3	P	214,914
	K	766,490		K	766,490
	Fe	259,939		Ca	315,887
	Zn	213,857		Mg	285,213
	Cu	324,752		Al	394,401
	Mn	259,372		Fe	234,349
			Zn	213,857	
			Cu	324,752	
			Mn	260,568	
KCl 1 mol/L	Ca	315,887	DTPA-TEA	Fe	259,939
	Mg	285,213		Zn	213,857
	Al	396,153		Cu	324,752
	Fe	259,939		Mn	259,372
	Zn	206,200			
	Cu	224,700			
	Mn	259,372			

4.2. Precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagem

A precisão e a reprodutibilidade foram representadas pelo coeficiente de variação, sendo a precisão indicada pelo coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica e a reprodutibilidade indicada pelo coeficiente de variação dos resultados médios entre diferentes séries. Geralmente, os coeficientes de variação para a etapa de dosagem devem oscilar entre 5 a 10 % dentro da série (Klesta e Bartz, 1996) e serem menores que 20 % entre diferentes séries (Raij et al., 2001).

O valor de R que representa a tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries, foi calculado para as três amostras utilizadas neste ensaio, pois as mesmas foram utilizadas como amostras controle, na etapa de comparação dos métodos.

4.2.1. Dosagens em extratos obtidos com Mehlich-1

A precisão e a reprodutibilidade dos métodos de dosagem para P foram semelhantes, embora os teores médios determinados pelo ICP tenham sido maiores (Quadro 25).

Para K, os teores dosados pelo ICP também foram maiores. Ambos os métodos foram precisos e com boa reprodutibilidade, exceto para a amostra nº 17 dosada pelo ICP que apresentou um coeficiente de variação entre séries, próximo a 20 % (Quadro 25).

O ICP e o EAA apresentaram boa precisão e reprodutibilidade para as dosagens de Fe e Mn, sendo o ICP um pouco melhor quanto a reprodutibilidade (Quadro 25).

Para Zn e Cu, em virtude do baixo limite de detecção, o ICP mostrou-se mais preciso e reprodutível que o EAA, principalmente nas dosagens realizadas com esses elementos em baixas concentrações (Quadro 25).

4.2.2. Dosagens em extratos obtidos com KCl 1,0 mol/L

ICP e EAA apresentaram boa precisão para a dosagem de Ca^{2+} (Quadro 26). Quanto à reprodutibilidade, o EAA foi superior, principalmente na dosagem da amostra nº 17 que apresentou teores baixos de Ca^{2+} .

Para Mg^{2+} , a dosagem pelo EAA apresentou menor variação, tanto dentro da série, quanto entre séries analíticas (Quadro 26).

Em função do baixo teor de Al^{3+} da amostra nº 7, os métodos de dosagem apresentaram baixa precisão e reprodutibilidade. Para as amostras nº 14 e 17, os resultados foram satisfatórios (Quadro 26).

Fe^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} e Mn^{2+} não foram dosados pelos métodos de rotina. Apesar dos baixos teores de Fe^{2+} e Mn^{2+} , o ICP apresentou boa precisão e reprodutibilidade. Para Zn^{2+} e Cu^{2+} , devido aos baixos teores e as grandes interferências espectrais, o ICP não foi preciso e nem reprodutível (Quadro 26).

Os baixos teores de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos com KCl 1,0 mol/L indicaram a insignificante contribuição destes cátions na geração da acidez trocável.

Quadro 25. Média, tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries (R), precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagens dos nutrientes de três amostras de solo extraídos com Mehlich-1 em dez séries analíticas, com três repetições por série

	ICP-OES			Rotina ⁽¹⁾		
	Amostra					
	7	14	17	7	14	17
P						
Média (mg/dm ³)	17,7	5,4	2,5	13,5	4,9	1,8
R ⁽²⁾ (mg/dm ³)	3,33	1,05	0,76	2,06	0,94	0,70
Precisão (%) ⁽³⁾	9,5	3,1	15,5	8,3	4,1	13,7
Reprodutibilidade (%) ⁽⁴⁾	6,8	6,9	10,7	5,4	6,8	13,8
K						
Média (mg/dm ³)	352	131	63	225	80	37
R (mg/dm ³)	44,2	27,3	35,1	49,2	9,7	12,1
Precisão (%)	3,4	2,3	3,5	5,2	3,1	2,6
Reprodutibilidade (%)	4,4	7,4	19,7	7,7	4,3	11,6
Fe						
Média (mg/dm ³)	412	104	272	447	100	264
R (mg/dm ³)	51,3	21,5	45,5	160,9	25,5	79,2
Precisão (%)	4,2	3,7	3,5	3,0	2,8	4,7
Reprodutibilidade (%)	4,4	7,3	5,9	12,7	9,0	10,6
Zn						
Média (mg/dm ³)	14,6	1,8	0,8	14,8	1,5	0,2
R (mg/dm ³)	1,02	0,29	0,23	1,12	0,80	0,49
Precisão (%)	5,0	3,4	11,4	3,6	18,6	19,5
Reprodutibilidade (%)	2,5	5,7	10,2	2,7	18,9	86,6
Cu						
Média (mg/dm ³)	2,6	0,8	1,7	1,9	0,3	1,0
R (mg/dm ³)	0,43	0,17	0,24	0,87	0,52	0,70
Precisão (%)	5,4	2,9	3,0	9,4	20,1	7,2
Reprodutibilidade (%)	5,8	7,5	5,0	16,2	61,3	24,7
Mn						
Média (mg/dm ³)	82	80	17	81	68	12
R (mg/dm ³)	9,8	9,1	3,3	9,2	14,7	3,6
Precisão (%)	2,0	2,8	3,1	2,5	3,4	3,3
Reprodutibilidade (%)	4,2	4,0	6,9	4,0	7,6	10,6

⁽¹⁾ P por espectrometria de absorção molecular, K por fotometria de emissão em chama e Fe, Zn, Cu e Mn por espectrometria de absorção atômica; ⁽²⁾ $R = 2 \cdot S$, sendo S o desvio padrão entre as diferentes séries; ⁽⁴⁾ Precisão: coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica; ⁽⁵⁾ Reprodutibilidade: coeficiente de variação dos resultados entre as séries analíticas.

Quadro 26. Média, tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries (R), precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagens dos nutrientes de três amostras de solo, extraídos com KCl 1,0 mol/L, em dez séries analíticas, com três repetições por série

	ICP-OES			Rotina ⁽¹⁾		
	Amostra					
	7	14	17	7	14	17
Ca²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	8,18	3,99	0,99	7,41	3,51	0,46
R ⁽²⁾ (cmol _c /dm ³)	1,38	1,41	1,18	0,79	0,28	0,19
Precisão (%) ⁽³⁾	3,8	4,0	7,7	2,3	2,6	8,4
Reprodutibilidade (%) ⁽⁴⁾	6,0	12,5	42,3	3,8	2,8	14,7
Mg²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	2,64	0,71	0,33	2,90	0,66	0,23
R (cmol _c /dm ³)	0,89	0,24	0,12	0,40	0,12	0,09
Precisão (%)	4,2	4,9	10,7	3,0	3,0	4,6
Reprodutibilidade (%)	11,9	11,8	12,5	4,8	6,4	13,9
Al³⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	0,01	0,23	0,74	0,01	0,32	0,82
R (cmol _c /dm ³)	0,03	0,07	0,15	0,06	0,09	0,17
Precisão (%)	28,5	10,4	8,3	136,9	7,0	7,6
Reprodutibilidade (%)	94,4	11,2	6,9	164,6	9,7	7,3
Fe²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	0,0074	0,0076	0,0089	nd ⁽⁵⁾	nd	nd
R (cmol _c /dm ³)	0,004	0,004	0,005	nd	nd	nd
Precisão (%)	11,3	8,8	10,3	nd	nd	nd
Reprodutibilidade (%)	20,5	16,4	18,6	nd	nd	nd
Zn²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	0,00073	0,00087	0,0012	nd	nd	nd
R (cmol _c /dm ³)	0,004	0,004	0,005	nd	nd	nd
Precisão (%)	9,1	14,6	9,3	nd	nd	nd
Reprodutibilidade (%)	206,9	181,6	140,5	nd	nd	nd
Cu²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	0,00068	0,00053	0,00048	nd	nd	nd
R (cmol _c /dm ³)	0,002	0,002	0,002	nd	nd	nd
Precisão (%)	34,2	28,3	36,3	nd	nd	nd
Reprodutibilidade (%)	97,1	122,2	135,8	nd	nd	nd
Mn²⁺						
Média (cmol _c /dm ³)	0,0081	0,0645	0,0139	nd	nd	nd
R (cmol _c /dm ³)	0,007	0,011	0,007	nd	nd	nd
Precisão (%)	5,6	3,3	5,1	nd	nd	nd
Reprodutibilidade (%)	31,1	5,9	16,6	nd	nd	nd

⁽¹⁾ Ca, Mg, Fe, Zn, Cu e Mn por espectrometria de absorção atômica e Al por titulometria; ⁽²⁾ R = 2 · 2 S, sendo S o desvio padrão entre as diferentes séries; ⁽³⁾ Precisão: coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica; ⁽⁴⁾ Reprodutibilidade: coeficiente de variação dos resultados entre as séries analíticas; ⁽⁵⁾ Não determinado pelos métodos de rotina.

4.2.3. Dosagens em extratos obtidos com Mehlich-3

Os teores de P obtidos pelos dois métodos de dosagem, no extrato de Mehlich-3, foram bem próximos. O ICP mostrou-se mais preciso e reprodutível que o EAM, exceto para amostra nº 7 que apresentou um teor um pouco mais alto de P (Quadro 27).

Para K, os métodos ICP e FEC apresentaram boa precisão e reprodutibilidade (Quadro 27).

Para Ca, no ICP, obtiveram-se valores muito mais altos que os detectados pelo EAA e talvez por isso, o ICP tenha se mostrado mais preciso e com melhor reprodutibilidade (Quadro 27).

Os valores médios encontrados para os teores de Mg, para os dois métodos de dosagem, foram bem próximos. A precisão e a reprodutibilidade foram boas, exceto para a amostra nº 17 pelo ICP que apresentou variação entre séries de 18,5 % (Quadro 27).

O ICP apresentou boa precisão e reprodutibilidade para a dosagem de Al extraído com Mehlich-3 (Quadro 27).

A precisão na dosagem de Fe foi muito boa, para ambos os métodos, com o coeficiente de variação abaixo de 4 %. Quanto à reprodutibilidade, o ICP mostrou-se melhor que o EAA. Os teores médios foram semelhantes (Quadro 28).

Para Zn e Cu, o ICP mostrou ser mais preciso e reprodutível, possivelmente em virtude dos baixos teores encontrados nas amostras e pelo fato de apresentar um limite de detecção mais baixo que o EAA. A repetibilidade dentro das séries e entre séries do EAA foi muito baixa. Os teores médios de Cu foram semelhantes entre os métodos de dosagem (Quadro 28).

Para Mn, os métodos apresentaram boa precisão e reprodutibilidade (Quadro 28).

Quadro 27. Média, tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries (R), precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagens de P, K, Ca, Mg e Al de três amostras de solo extraídos com Mehlich-3, em dez séries analíticas, com três repetições por série

	ICP-OES			Rotina ⁽¹⁾		
	Amostra					
	7	14	17	7	14	17
P						
Média (mg/dm ³)	7,27	5,04	2,18	7,23	4,89	2,04
R ⁽²⁾ (mg/dm ³)	1,67	1,10	0,50	1,14	1,69	0,81
Precisão (%) ⁽³⁾	16,0	4,0	5,8	9,0	7,8	7,9
Reprodutibilidade (%) ⁽⁴⁾	8,1	7,7	8,1	5,6	12,2	14,1
K						
Média (mg/dm ³)	277	97	46	217	80	38
R (mg/dm ³)	31,1	9,4	15,4	29,4	7,9	6,8
Precisão (%)	3,5	2,7	4,3	2,9	1,9	3,1
Reprodutibilidade (%)	4,0	3,4	11,9	4,8	3,5	6,3
Ca						
Média (mg/dm ³)	2178	740	118	1300	492	16
R (mg/dm ³)	359,9	142,0	95,3	402,8	53,6	58,4
Precisão (%)	4,1	4,3	11,8	8,4	5,0	45,6
Reprodutibilidade (%)	5,8	6,8	28,4	11,0	3,9	132,1
Mg						
Média (mg/dm ³)	372	84	27	385	83	32
R (mg/dm ³)	33,8	15,1	14,3	56,1	10,6	7,4
Precisão (%)	2,5	4,0	8,2	3,0	2,4	4,1
Reprodutibilidade (%)	3,2	6,3	18,5	5,2	4,5	8,3
Al						
Média (mg/dm ³)	1.093	1.967	1.990	nd ⁽⁵⁾	nd	nd
R (mg/dm ³)	152,3	163,0	203,1	nd	nd	nd
Precisão (%)	2,5	2,2	1,8	nd	nd	nd
Reprodutibilidade (%)	4,9	2,9	3,6	nd	nd	nd

⁽¹⁾ P por espectrometria de absorção molecular, K por fotometria de emissão em chama e Ca e Mg por espectrometria de absorção atômica; ⁽²⁾ $R = 2 \cdot 2 S$, sendo S o desvio padrão entre as diferentes séries; ⁽³⁾ Precisão: coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica; ⁽⁴⁾ Reprodutibilidade: coeficiente de variação dos resultados entre as séries analíticas; ⁽⁵⁾ Não determinado pelos métodos de rotina.

Quadro 28. Média, tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries (R), precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagens de Fe, Zn, Cu e Mn de três amostras de solo extraídos com Mehlich-3, em dez séries analíticas, com três repetições por série

	ICP-OES			Rotina ⁽¹⁾		
	Amostra					
	7	14	17	7	14	17
Fe						
Média (mg/dm ³)	365	152	222	386	132	214
R ⁽²⁾ (mg/dm ³)	62,9	13,5	19,7	117,7	60,6	70,0
Precisão (%) ⁽³⁾	2,9	2,3	2,4	3,5	2,3	2,4
Reprodutibilidade (%) ⁽⁴⁾	6,1	3,1	3,1	10,8	16,2	11,5
Zn						
Média (mg/dm ³)	9,0	1,2	0,7	9,2	0,8	0,04
R (mg/dm ³)	0,58	0,28	0,28	1,40	0,31	0,14
Precisão (%)	3,9	4,7	15,8	2,2	12,5	81,7
Reprodutibilidade (%)	2,3	8,1	15,3	5,4	14,3	120,1
Cu						
Média (mg/dm ³)	0,8	0,4	0,5	1,3	0,3	0,5
R (mg/dm ³)	0,28	0,29	0,29	0,46	0,58	0,56
Precisão (%)	4,0	5,4	4,5	14,4	28,1	12,9
Reprodutibilidade (%)	11,2	25,1	19,0	12,5	73,2	42,1
Mn						
Média (mg/dm ³)	49	36	7	48	35	6
R (mg/dm ³)	3,8	2,6	2,2	4,9	6,0	2,3
Precisão (%)	3,2	4,0	3,7	2,4	3,0	5,2
Reprodutibilidade (%)	2,7	2,6	11,0	3,6	6,1	13,4

⁽¹⁾ Fe, Zn, Cu e Mn por espectrometria de absorção atômica; ⁽²⁾ $R = 2 \cdot 2 S$, sendo S o desvio padrão entre as diferentes séries; ⁽³⁾ Precisão: coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica; ⁽⁴⁾ Reprodutibilidade: coeficiente de variação dos resultados entre as séries analíticas.

4.2.4. Dosagens em extratos obtidos com DTPA-TEA

Os teores médios, encontrados no extrato de DTPA-TEA pelos métodos de dosagem, foram bem próximos para todos os elementos analisados (Quadro 29). Tanto o ICP, quanto o EAA, apresentaram boa precisão e reprodutibilidade, exceto para a dosagem de Zn da amostra nº 17 que continha apenas 0,2 mg/dm³.

Quadro 29. Média, tolerância da diferença entre dois valores obtidos em diferentes séries (R), precisão e reprodutibilidade dos métodos de dosagens dos nutrientes de três amostras de solo extraídos com DTPA-TEA, em dez séries analíticas, com três repetições por série

	ICP-OES			Rotina ⁽¹⁾		
	Amostra					
	7	14	17	7	14	17
Fe						
Média (mg/dm ³)	115	57	89	117	56	88
R ⁽²⁾ (mg/dm ³)	32,8	7,6	12,7	42,3	15,6	33,0
Precisão (%) ⁽³⁾	3,7	1,5	2,2	3,0	1,7	2,5
Reprodutibilidade (%) ⁽⁴⁾	10,1	4,7	5,0	12,7	9,9	13,2
Zn						
Média (mg/dm ³)	6,8	0,4	0,2	6,4	0,5	0,2
R (mg/dm ³)	0,82	0,16	0,18	0,59	0,20	0,40
Precisão (%)	1,7	10,5	30,3	2,3	17,0	34,4
Reprodutibilidade (%)	4,3	13,3	39,0	3,3	14,6	61,0
Cu						
Média (mg/dm ³)	1,7	0,9	1,4	1,7	0,9	1,3
R (mg/dm ³)	0,33	0,20	0,20	0,39	0,27	0,38
Precisão (%)	4,8	2,4	3,9	6,2	8,3	5,8
Reprodutibilidade (%)	7,0	7,5	4,8	8,3	10,8	10,1
Mn						
Média (mg/dm ³)	13	17	3	13	17	3
R (mg/dm ³)	4,3	0,9	0,4	2,9	0,8	0,3
Precisão (%)	4,7	1,4	2,2	4,4	1,5	3,0
Reprodutibilidade (%)	11,5	1,8	4,6	8,2	1,8	3,6

⁽¹⁾ Fe, Zn, Cu e Mn por espectrometria de absorção atômica; ⁽²⁾ R = 2 S, sendo S o desvio padrão entre as diferentes séries; ⁽³⁾ Precisão: coeficiente de variação dos resultados dentro da mesma série analítica; ⁽⁴⁾ Reprodutibilidade: coeficiente de variação dos resultados entre as séries analíticas.

4.3. Comparação dos métodos de dosagem

Para comparar os métodos de dosagem, foram consideradas duas situações: a) utilizando todas as observações válidas, das 144 possíveis e b) utilizando 120 observações, sendo eliminadas as leituras das amostras com teores mais altos. Na segunda situação, objetivou-se verificar o comportamento dos métodos de dosagem para teores normalmente encontrados nos solos brasileiros. Desta forma, aplicou-se o teste de identidade entre métodos analíticos (Leite & Oliveira, 2002) e confeccionou-se gráficos da relação entre teores dosados pelo ICP e por métodos de rotina, considerando todas as observações válidas (Quadro 30), e também 120 observações (Quadro 31).

Verificou-se a identidade entre os métodos, somente para a dosagem de Ca em KCl 1,0 mol/L. Neste caso, ρ_0 foi igual a 0 e ρ_1 igual a 1, sendo os erros aleatórios e a correlação entre os métodos, alta.

Nas demais comparações, os métodos mostraram-se diferentes, indicando a existência de erros sistemáticos ou “bias” do método ICP em relação ao método de rotina ($\rho_0 \neq 0$) e também erros proporcionais ($\rho_1 \neq 1$).

As diferenças entre os teores de P obtidos pelo ICP e pelo EAM, ao contrário do que se esperava, não correlacionaram com os teores de matéria orgânica, em qualquer dos grupo de solos (Quadros 32, 33 e 34). Esperava-se que para maiores teores de matéria orgânica, maiores seriam as diferenças entre os teores dosados pelos métodos estudados, tendo em vista que o ICP detecta todas as formas de P do extrato, ao passo que o EAM, detecta as formas inorgânicas e apenas parte das orgânicas (Soltanpour, 1979; Labhsetwar & Soltanpour, 1985; Eckert & Watson, 1996 e Hylander et al., 1995). Assim, os resultados deste trabalho sugerem que para os solos estudados, o Mehlich-1 e o Mehlich-3, extraíram predominantemente as formas inorgânicas de P. A única correlação entre as diferenças nos teores de P e o teor de matéria orgânica, foi observada nos solos sob pastagem quando utilizou-se o Mehlich-3, sendo a correlação positiva e significativa a 10 % de probabilidade. Em Mehlich-3, as diferenças

Quadro 30. Resumo dos resultados obtidos pela aplicação do teste de identidade entre métodos analíticos, considerando todas as observações válidas

Nutriente	n ⁽¹⁾	a_0 ⁽²⁾	a_1 ⁽³⁾	r ⁽⁴⁾	\bar{e} ⁽⁵⁾	F (H ₀) ⁽⁶⁾	t ⁽⁷⁾	r (1 -)	Conclusão
Mehlich-1									
P	140	0,96**	1,0022 ^{ns}	1,00	0,1884	43,57**	16,02**	Sim	ICP ⁽⁸⁾ EAM ⁽⁹⁾
K	143	10,5**	1,2782**	0,99	0,4849	474,37**	32,15**	Sim	ICP FEC ⁽¹⁰⁾
Fe	144	53,1**	0,9349**	0,98	0,1239	37,56**	11,36**	Sim	ICP EAA ⁽¹¹⁾
Zn	144	0,38**	1,0157**	1,00	7552,7171	86,46**	4,31**	Sim	ICP EAA
Cu	135	0,54**	1,0673**	0,98	10068,5530	400,46**	5,32**	Sim	ICP EAA
Mn	144	6,7**	1,0281**	1,00	0,4054	124,88**	3,73**	Sim	ICP EAA
KCl 1,0 mol/L									
Ca ²⁺	142	0,067 ^{ns}	0,9852 ^{ns}	0,98	1648,7663	0,70 ^{ns}	2,25 ^{ns}	Sim	ICP = EAA
Mg ²⁺	142	0,053*	1,1146**	0,99	70,4134	71,25**	1,36 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Al ³⁺	141	-0,045**	1,2334**	0,99	437,2653	151,18**	5,41**	Sim	ICP TIT ⁽¹²⁾
Mehlich-3									
P	144	0,12 ^{ns}	0,9154**	1,00	-0,1121	434,20**	7,43**	Sim	ICP EAM
K	144	23,3**	0,7249**	0,99	0,0614	742,66**	5,36**	Sim	ICP FEC
Ca	144	48,3**	1,0474**	1,00	126019,6921	119,37**	2,71**	Sim	ICP EAA
Mg	143	7,5**	0,9813**	0,99	0,0608	9,36**	3,54**	Sim	ICP EAA
Fe	139	33,2**	0,8101**	0,86	0,0256	11,78**	2,28**	Não	ICP EAA
Zn	143	0,36**	0,9894**	1,00	12208,4465	51,40**	6,28**	Sim	ICP EAA
Cu	144	0,46**	1,1253**	0,97	17797,3318	389,46**	9,25**	Sim	ICP EAA
Mn	144	1,9**	0,9160**	1,00	0,2026	87,20**	3,96**	Sim	ICP EAA
DTPA-TEA									
Fe	144	1,6 ^{ns}	1,0795**	0,99	0,1108	90,46**	13,05**	Sim	ICP EAA
Zn	142	-0,11**	1,0611**	1,00	38,7590	24,50**	1,38 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Cu	144	0,17**	0,9352**	0,98	0,5893	73,86**	1,69 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Mn	144	0,3*	0,9398**	1,00	-0,0408	113,63**	4,12**	Sim	ICP EAA

⁽¹⁾ Número de observações; ⁽²⁾ Intercepto da regressão; ⁽³⁾ Coeficiente da regressão; ⁽⁴⁾ Coeficiente de correlação linear; ⁽⁵⁾ Erro médio; ⁽⁶⁾ Teste F; ⁽⁷⁾ Teste t para o erro médio; ⁽⁸⁾ Espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido; ⁽⁹⁾ Espectrofotometria de absorção molecular; ⁽¹⁰⁾ Espectrofotometria de absorção atômica; ⁽¹²⁾ Titulometria; ns, * e **, não significativo, significativo a 5 e a 1 %, respectivamente.

Quadro 31. Resumo dos resultados obtidos pela aplicação do teste de identidade entre métodos analíticos, considerando 120 observações

Nutriente	n ⁽¹⁾	a ₀ ⁽²⁾	a ₁ ⁽³⁾	r ⁽⁴⁾	s ⁽⁵⁾	F (H ₀) ⁽⁶⁾	t ⁽⁷⁾	r (1 -)	Conclusão
Mehlich-1									
P	120	0,37**	1,1107**	0,99	0,2107	219,15**	17,36**	Sim	ICP ⁽⁸⁾ EAM ⁽⁹⁾
K	120	4,6**	1,3720**	0,97	0,5039	712,40**	30,00**	Sim	ICP FEC ⁽¹⁰⁾
Fe	120	17,4**	1,0615**	0,97	0,1404	85,61**	12,58**	Sim	ICP EAA ⁽¹¹⁾
Zn	120	0,61**	0,9218**	1,00	9063,2563	425,60**	4,37**	Sim	ICP EAA
Cu	120	0,51**	1,1220**	0,96	11327,0965	371,24**	5,39**	Sim	ICP EAA
Mn	120	5,6**	1,0527**	0,99	1282,1533	123,62**	1,00 ^{ns}	Sim	ICP EAA
KCl 1,0 mol/L									
Ca ²⁺	120	0,027 ^{ns}	1,0121 ^{ns}	0,94	1951,0399	0,59 ^{ns}	2,26 ^{ns}	Sim	ICP = EAA
Mg ²⁺	120	0,015 ^{ns}	1,1816**	0,96	83,2934	39,24**	1,36 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Al ³⁺	120	-0,026*	1,1882**	0,98	516,0382	44,74**	5,53**	Sim	ICP TIT ⁽¹²⁾
Mehlich-3									
P	120	-0,62**	1,0952**	0,98	-0,1251	27,47**	-7,17**	Sim	ICP EAM
K	120	10,8**	0,9135**	0,96	0,1082	53,11**	13,49**	Sim	ICP FEC
Ca	120	14,5**	1,1642**	0,99	151223,6100	231,61**	2,72**	Sim	ICP EAA
Mg	120	-0,2 ^{ns}	1,0932**	0,99	0,0696	36,36**	3,44**	Sim	ICP EAA
Fe	120	30,4**	0,8285**	0,88	0,0310	10,48**	2,59 ^{ns}	Não	ICP EAA
Zn	120	0,58**	0,8571**	0,99	14031,7672	491,65**	6,31**	Sim	ICP EAA
Cu	120	0,42**	1,4510**	0,86	21356,6882	302,96**	9,85**	Sim	ICP EAA
Mn	120	2,3**	0,8820**	0,99	0,2551	58,99**	4,23**	Sim	ICP EAA
DTPA-TEA									
Fe	120	0,9 ^{ns}	1,0901**	0,98	0,1129	67,62**	11,65**	Sim	ICP EAA
Zn	120	-0,06**	1,0172**	0,99	45,8610	8,15**	1,38 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Cu	120	0,17**	0,9328**	0,95	0,7037	115,57**	1,68 ^{ns}	Sim	ICP EAA
Mn	120	-0,1 ^{ns}	0,9954 ^{ns}	0,99	-0,0424	4,13 ^{ns}	-3,67**	Sim	ICP EAA

⁽¹⁾ Número de observações; ⁽²⁾ Intercepto da regressão; ⁽³⁾ Coeficiente da regressão; ⁽⁴⁾ Coeficiente de correlação linear; ⁽⁵⁾ Erro médio; ⁽⁶⁾ Teste F; ⁽⁷⁾ Teste t para o erro médio; ⁽⁸⁾ Espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido; ⁽⁹⁾ Espectrofotometria de absorção molecular; ⁽¹⁰⁾ Espectrofotometria de absorção atômica; ⁽¹²⁾ Titulometria; ns, * e **, não significativo e significativo a 5 e a 1 %, respectivamente.

entre os teores de P correlacionaram com o P remanescente, em todos os três grupos de solos. A correlação foi negativa para os grupos sob pastagem e sob agricultura e positiva para o grupo sob floresta (Quadros 32,33 e 34).

Para K em Mehlich-1, foram detectados no ICP teores maiores em relação ao FEC, possivelmente devido a melhor eficiência na excitação dos átomos e ou íons, em virtude da temperatura mais elevada do plasma em relação a chama produzida pelo gás butano utilizado no fotômetro (Figura 2 a e 2 b). As diferenças entre os teores dosados correlacionaram positivamente com o pH, nos três grupos de solos. Em Mehlich-3, o ICP detectou teores mais elevados em relação ao FEC, isso quando os teores foram menores que 100 mg/dm^3 (Figura 5 a e 5 b). As diferenças em Mehlich-3, também correlacionaram com o pH, nos grupos de solos sob floresta e sob agricultura, porém as correlações foram negativas (Quadros 32, 33 e 34).

Os métodos de dosagem para Ca^{2+} em KCl 1,0 mol/L foram considerados iguais pelo teste de identidade entre métodos (Quadros 30 e 31). Bruce & Lyons (1984) encontraram valores semelhantes para os métodos ICP e EAA, para Ca^{2+} e para Mg^{2+} , trabalhando com o extrato de KCl diluído 10 vezes. Houve correlação entre o pH e as diferenças nos teores de Ca extraído com Mehlich-3, para todos os grupos de solos (Quadros 32, 33 e 34). Quanto maior o pH, maiores foram as diferenças observadas entre os teores de Ca em extratos de Mehlich-3 dosados pelos métodos ICP e EAA.

Para Mg^{2+} no ICP, observou-se teores maiores na ordem de 11 % em relação ao EAA, considerando-se todas as observações válidas, e 18 %, considerando-se as 120 observações, sendo que em ambos os casos, a ocorrência dos erros foi aleatória (Quadros 30 e 31 e Figura 4 a e 4 b). Em KCl 1,0 mol/L, as diferenças entre os teores de Mg dosados pelo ICP e pelo EAA, correlacionaram com o pH, sendo as diferenças aumentadas de acordo com o aumento do pH dos solos dos três grupos (Quadros 32, 33 e 34).

Para Ca e para Mg, em extratos de Mehlich-3, o ICP detectou teores médios mais elevados em relação ao EAA, na ordem de 4 e 16 % para Ca e 9 % para Mg (Quadros 30 e 31 e Figura 5 a e 5 b). Zbiral (2000) obteve valores superiores para ICP, na ordem de 7 a 12 % para Ca e 2 a 8 % para Mg e o autor considerou a superestimação como sendo devida a não redução das interferências químicas pela presença de lantânio, em virtude das baixas temperaturas da chama de ar-acetileno do EAA.

Para as dosagens de Al extraído por KCl 1,0 mol/L, esperava-se teores mais elevados no método da titulação (TIT) em relação ao ICP, já que na TIT determinou-se a acidez trocável e não apenas o Al trocável. A superioridade dos valores obtidos pela TIT só foi observada quando os teores ficaram abaixo dos 0,5 cmol_d/dm³. Acima deste valor, foram obtidos teores maiores de Al³⁺ no ICP (Figura 4 a e 4 b). Uma possível justificativa para este fato, segundo Bruce & Lyons (1984), é a passagem de pequenas quantidades de Al coloidal pelo papel-filtro, não sendo este Al detectado pela titulação, já que não gera acidez. Uma outra justificativa, segundo Cantarella et al. (1981), seria a contaminação do KCl com carbonato de potássio que elevaria o pH e provocaria um tamponamento da solução, promovendo a hidrólise e a precipitação do íon Al³⁺ recentemente extraído, resultando em valores menores para a determinação titulométrica.

As diferenças de dosagem de Al³⁺ correlacionaram com o pH dos solos sob floresta e sob agricultura, sendo a correlação negativa e altamente significativa para o grupo de solos sob floresta e significativa a 10%, porém positiva, para o grupo de solos sob agricultura (Quadros 32, 33 e 34).

Com relação aos micronutrientes, os métodos de dosagem determinaram teores médios semelhantes, porém diferentes estatisticamente pelo teste de identidade entre dois métodos analíticos (Quadros 30 e 31). Para teores muito baixos, em função dos diferentes limites de detecção dos métodos, os valores foram mais discrepantes, principalmente para Cu (Figuras 3 e 6 (a e b)), sendo os teores dosados no ICP maiores que os dosados no EAA. Soltanpour et al. (1979), comparando os métodos ICP e EAA para dosagem de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos com NH₄HCO₃-DTPA,

verificaram que os valores para β_1 (declividade), não foram significativamente diferentes de 1, exceto para Cu (teor médio de 1,8 mg/dm³) e que os valores de β_0 (intercepto) foram muito próximos de zero para Zn e Mn, muito pequeno para Fe e relativamente grande para Cu.

As diferenças encontradas nas dosagens de Fe extraído com Mehlich-3, correlacionaram negativamente com o pH, nos três grupos de solos (quadros 32, 33 e 34). A correlação negativa também ocorreu nos solos sob floresta, quando utilizou-se o extrator Mehlich-1 (Quadro 33), e em solos sob agricultura, quando o DTPA-TEA foi utilizado (Quadro 34).

Para Zn, as diferenças encontradas nos métodos de dosagem, quando o extrator utilizado foi o Mehlich-1, correlacionaram com o teor de matéria orgânica, para os solos sob pastagem e sob agricultura, sendo a correlação negativa (Quadros 32 e 34).

Nos solos sob pastagem, as diferenças dos teores de Cu dosados por ICP e por EAA, correlacionaram negativamente com a porcentagem de areia, nos extratos de Mehlich-1 e Mehlich-3 (Quadro 32).

Em Mehlich-3, as diferenças de dosagem de Mn, correlacionaram negativamente com as características pH e CTC, exceto para o grupo de solos sob floresta onde não foi verificada a correlação com a CTC (Quadros 32, 33 e 34).

Quadro 32. Coeficientes de correlação linear entre as diferenças absolutas dos teores obtidos por ICP-OES e por métodos de rotina, com algumas características dos solos sob pastagem

Nutriente	Característica				
	Areia	pH	CTC	M. orgânica	P rem
Mehlich-1					
P	0,3401 ^{ns}	0,6011*	0,1866 ^{ns}	-0,0458 ^{ns}	0,6302*
K	0,0593 ^{ns}	0,6332*	0,3920 ^{ns}	0,3207 ^{ns}	0,3029 ^{ns}
Fe	-0,3589 ^{ns}	0,3801 ^{ns}	0,1629 ^{ns}	0,3864 ^{ns}	-0,1082 ^{ns}
Zn	0,4944 ^o	-0,5175*	-0,6368*	-0,8656**	0,3591 ^{ns}
Cu	-0,6729**	0,4612 ^o	-0,1356 ^{ns}	0,2676 ^{ns}	-0,0229 ^{ns}
Mn	-0,3773 ^{ns}	0,3095 ^{ns}	-0,1465 ^{ns}	0,0209 ^{ns}	0,0606 ^{ns}
KCl 1,0 mol/L					
Ca ²⁺	0,3444 ^{ns}	-0,0636 ^{ns}	0,0713 ^{ns}	-0,1653 ^{ns}	0,1899 ^{ns}
Mg ²⁺	0,0264 ^{ns}	0,9050**	0,6842**	0,3887 ^{ns}	0,4930 ^o
Al ³⁺	0,5852*	0,0413 ^{ns}	0,2244 ^{ns}	-0,3068 ^{ns}	0,3647 ^{ns}
Mehlich-3					
P	-0,3175 ^{ns}	-0,0943 ^{ns}	0,3263 ^{ns}	0,4455 ^o	-0,4393 ^o
K	-0,3852 ^{ns}	-0,1909 ^{ns}	0,2365 ^{ns}	0,4067 ^o	-0,5314*
Ca	-0,2222 ^{ns}	0,9166**	0,6905**	0,5498*	0,2956 ^{ns}
Mg	-0,3166 ^{ns}	0,0852 ^{ns}	-0,1035 ^{ns}	0,3661 ^{ns}	-0,2350 ^{ns}
Fe	-0,2340 ^{ns}	-0,6564*	-0,6263*	-0,2445 ^{ns}	-0,4367 ^o
Zn	0,3857 ^{ns}	-0,2854 ^{ns}	-0,2574 ^{ns}	-0,4675 ^o	0,2570 ^{ns}
Cu	-0,9365**	0,2428 ^{ns}	-0,0876 ^{ns}	0,5771*	-0,5034*
Mn	-0,3816 ^{ns}	-0,6489*	-0,6864**	-0,1210 ^{ns}	-0,5397*
DTPA-TEA					
Fe	0,5857*	-0,3320 ^{ns}	-0,2145 ^{ns}	-0,1810 ^{ns}	0,2186 ^{ns}
Zn	0,0922 ^{ns}	0,6368*	0,5265*	0,2831 ^{ns}	0,4193 ^o
Cu	0,3836 ^{ns}	-0,0265 ^{ns}	0,2169 ^{ns}	-0,3056 ^{ns}	0,2888 ^{ns}
Mn	-0,7507**	0,1429 ^{ns}	0,4287 ^o	0,4301 ^o	-0,5640*

** , * , ° , ns = significativo a 1 % , 5 % , 10 % e não significativo, respectivamente.

Quadro 33. Coeficientes de correlação linear entre as diferenças absolutas dos teores obtidos por ICP-OES e por métodos de rotina, com algumas características dos solos sob floresta

Nutriente	Característica				
	Areia	pH	CTC	M. orgânica	P rem
Mehlich-1					
P	-0,4794 ^o	0,7001 ^{**}	0,4212 ^o	0,3951 ^{ns}	0,2950 ^{ns}
K	-0,7090 ^{**}	0,6295 [*]	0,5071 [*]	0,3731 ^{ns}	0,1258 ^{ns}
Fe	0,1919 ^{ns}	-0,8456 ^{**}	0,2906 ^{ns}	-0,0986 ^{ns}	-0,6652 ^{**}
Zn	0,2698 ^{ns}	-0,6402 [*]	-0,0845 ^{ns}	-0,1479 ^{ns}	-0,4837 ^o
Cu	0,1552 ^{ns}	0,4741 ^o	-0,0780 ^{ns}	-0,3620 ^{ns}	0,4496 ^o
Mn	-0,4960 ^o	0,6830 ^{**}	0,2641 ^{ns}	0,3414 ^{ns}	0,2645 ^{ns}
KCl 1,0 mol/L					
Ca ²⁺	-0,3642 ^{ns}	0,6643 ^{**}	-0,1906 ^{ns}	-0,1180 ^{ns}	0,3347 ^{ns}
Mg ²⁺	-0,0988 ^{ns}	0,9417 ^{**}	0,2974 ^{ns}	0,2132 ^{ns}	0,7806 ^{**}
Al ³⁺	0,1309 ^{ns}	-0,9668 ^{**}	-0,2242 ^{ns}	-0,1490 ^{ns}	-0,7817 ^{**}
Mehlich-3					
P	-0,1165 ^{ns}	0,9418 ^{**}	0,3350 ^{ns}	0,1824 ^{ns}	0,7565 ^{**}
K	0,7473 ^{**}	-0,4265 ^o	0,0296 ^{ns}	-0,1770 ^{ns}	0,0802 ^{ns}
Ca	-0,3990 ^o	0,9230 ^{**}	0,1774 ^{ns}	0,2674 ^{ns}	0,5782 [*]
Mg	-0,2426 ^{ns}	0,9576 ^{**}	0,2965 ^{ns}	0,2893 ^{ns}	0,7089 ^{**}
Fe	0,1338 ^{ns}	-0,6291 [*]	-0,3554 ^{ns}	-0,2337 ^{ns}	-0,4819 ^o
Zn	-0,2812 ^{ns}	-0,7731 ^{**}	-0,2553 ^{ns}	-0,0629 ^{ns}	-0,8683 ^{**}
Cu	0,0758 ^{ns}	0,7555 ^{**}	-0,0472 ^{ns}	-0,1766 ^{ns}	0,6488 [*]
Mn	-0,1840 ^{ns}	-0,8449 ^{**}	-0,2367 ^{ns}	-0,1051 ^{ns}	-0,8772 ^{**}
DTPA-TEA					
Fe	0,1671 ^{ns}	0,0323 ^{ns}	0,6115 [*]	0,2521 ^{ns}	0,1439 ^{ns}
Zn	0,1618 ^{ns}	0,1706 ^{ns}	0,2487 ^{ns}	0,6115 [*]	0,2868 ^{ns}
Cu	0,0469 ^{ns}	-0,6212 [*]	-0,0434 ^{ns}	-0,2382 ^{ns}	-0,4584 ^o
Mn	-0,1265 ^{ns}	-0,2861 ^{ns}	-0,4790 ^o	0,1380 ^{ns}	-0,3420 ^{ns}

** , * , ° , ns = significativo a 1 % , 5 % , 10 % e não significativo , respectivamente.

Quadro 34. Coeficientes de correlação linear entre as diferenças absolutas dos teores obtidos por ICP-OES e por métodos de rotina, com algumas características dos solos sob agricultura

Nutriente	Característica				
	Areia	pH	CTC	M. orgânica	P rem
Mehlich-1					
P	-0,0701 ^{ns}	-0,2768 ^{ns}	-0,3651 ^{ns}	-0,1123 ^{ns}	-0,2145 ^{ns}
K	-0,2621 ^{ns}	0,7037 ^{**}	0,8146 ^{**}	0,7475 ^{**}	0,4114 ^o
Fe	-0,0229 ^{ns}	0,1944 ^{ns}	-0,0505 ^{ns}	-0,2074 ^{ns}	0,2214 ^{ns}
Zn	0,5213 [*]	-0,0732 ^{ns}	-0,1650 ^{ns}	-0,5276 [*]	0,2143 ^{ns}
Cu	-0,0059 ^{ns}	-0,2119 ^{ns}	-0,1085 ^{ns}	-0,1064 ^{ns}	-0,2512 ^{ns}
Mn	0,1757 ^{ns}	-0,1421 ^{ns}	-0,1862 ^{ns}	-0,1004 ^{ns}	-0,0863 ^{ns}
KCl 1,0 mol/L					
Ca ²⁺	-0,4111 ^o	-0,3448 ^{ns}	-0,3291 ^{ns}	0,0412 ^{ns}	-0,5009 [*]
Mg ²⁺	-0,0047 ^{ns}	0,7880 ^{**}	0,6795 ^{**}	0,4119 ^o	0,3184 ^{ns}
Al ³⁺	-0,1379 ^{ns}	0,4325 ^o	0,3235 ^{ns}	0,1455 ^{ns}	0,2259 ^{ns}
Mehlich-3					
P	-0,2556 ^{ns}	-0,4833 ^o	-0,2213 ^{ns}	-0,0013 ^{ns}	-0,6879 ^{**}
K	0,1035 ^{ns}	-0,6723 ^{**}	-0,7640 ^{**}	-0,6219 [*]	-0,4231 ^o
Ca	-0,1821 ^{ns}	0,6923 ^{**}	0,3501 ^{ns}	0,3818 ^{ns}	0,2717 ^{ns}
Mg	0,2113 ^{ns}	0,2847 ^{ns}	-0,2136 ^{ns}	-0,2637 ^{ns}	0,4061 ^o
Fe	-0,0879 ^{ns}	-0,8230 ^{**}	-0,5808 [*]	-0,3790 ^{ns}	-0,5077 [*]
Zn	-0,0534 ^{ns}	-0,1604 ^{ns}	0,1032 ^{ns}	0,1202 ^{ns}	-0,0439 ^{ns}
Cu	0,5577 [*]	-0,0567 ^{ns}	-0,4497 ^o	-0,5457 ^{**}	0,4129 ^o
Mn	-0,0117 ^{ns}	-0,8050 ^{**}	-0,7244 ^{**}	-0,5348 [*]	-0,4532 ^o
DTPA-TEA					
Fe	-0,0905 ^{ns}	-0,6173 [*]	-0,0833 ^{ns}	-0,0157 ^{ns}	-0,5186 [*]
Zn	0,1883 ^{ns}	0,8129 ^{**}	0,3142 ^{ns}	0,1608 ^{ns}	0,6907 ^{**}
Cu	-0,1672 ^{ns}	-0,7945 ^{**}	-0,5792 [*]	-0,3150 ^{ns}	-0,5950 [*]
Mn	0,4388 ^o	-0,3876 ^{ns}	-0,6500 [*]	-0,6071 [*]	0,1477 ^{ns}

** , * , ° , ns = significativo a 1 % , 5 % , 10 % e não significativo , respectivamente .

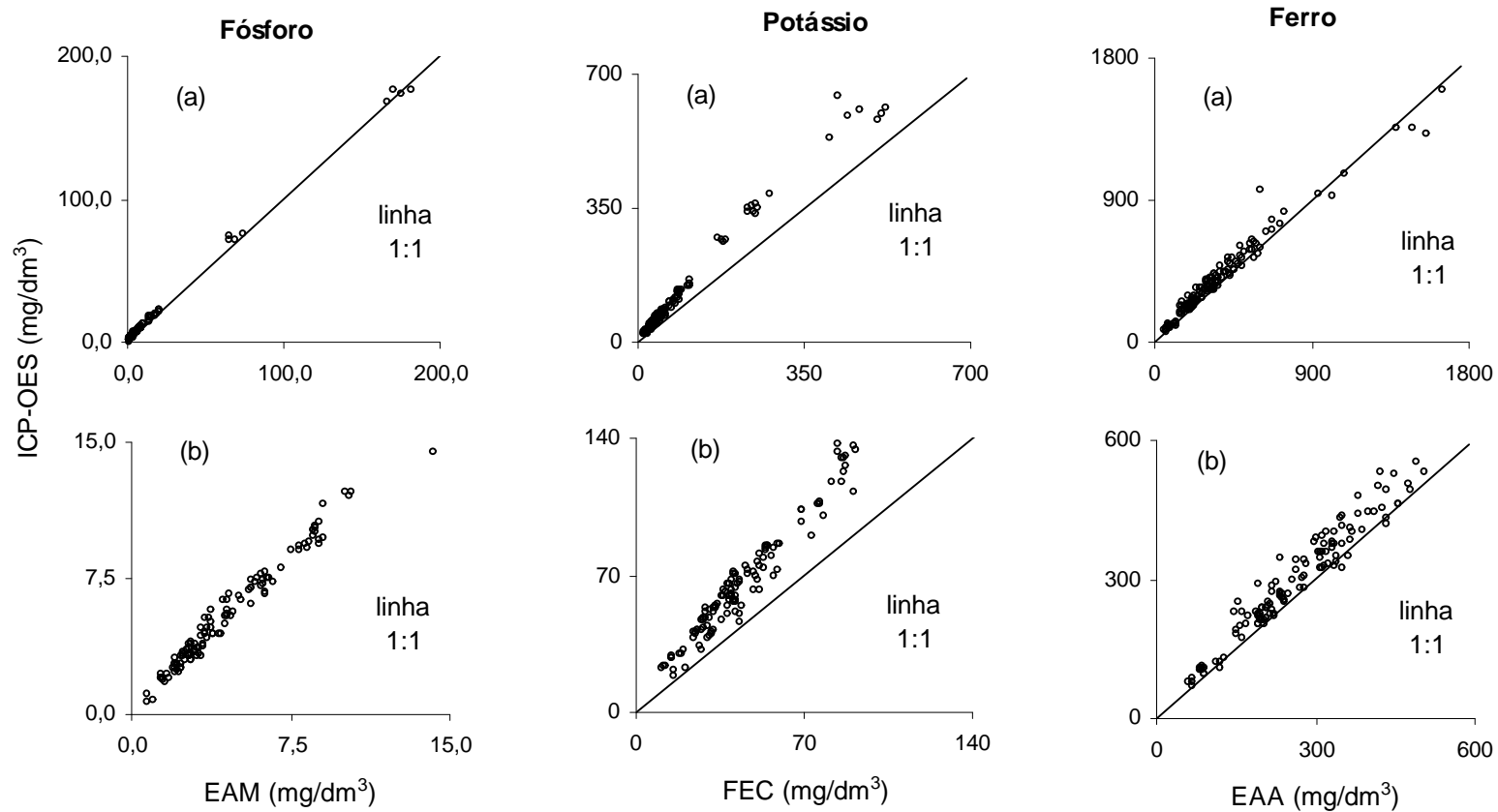


Figura 2. Relação entre os teores de P, K e Fe extraídos por Mehlich-1 e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção molecular (EAM), fotometria em chama (FEC) ou espectrofotometria de absorção atômica (EAA), considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

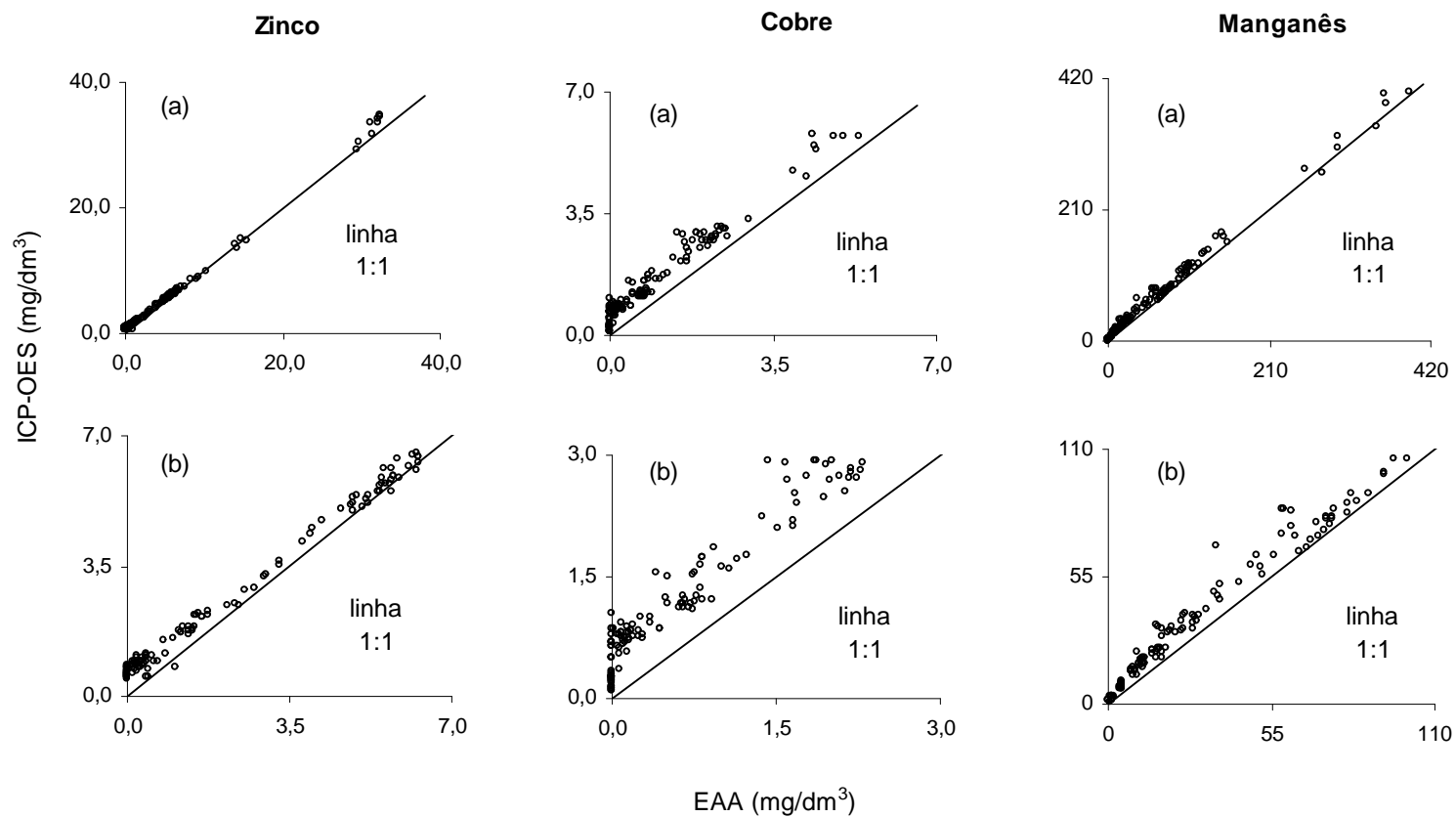


Figura 3. Relação entre os teores de Zn, Cu e Mn extraídos por Mehlich-1 e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção molecular (EAM), fotometria em chama (FEC) ou espectrofotometria de absorção atômica (EAA), considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

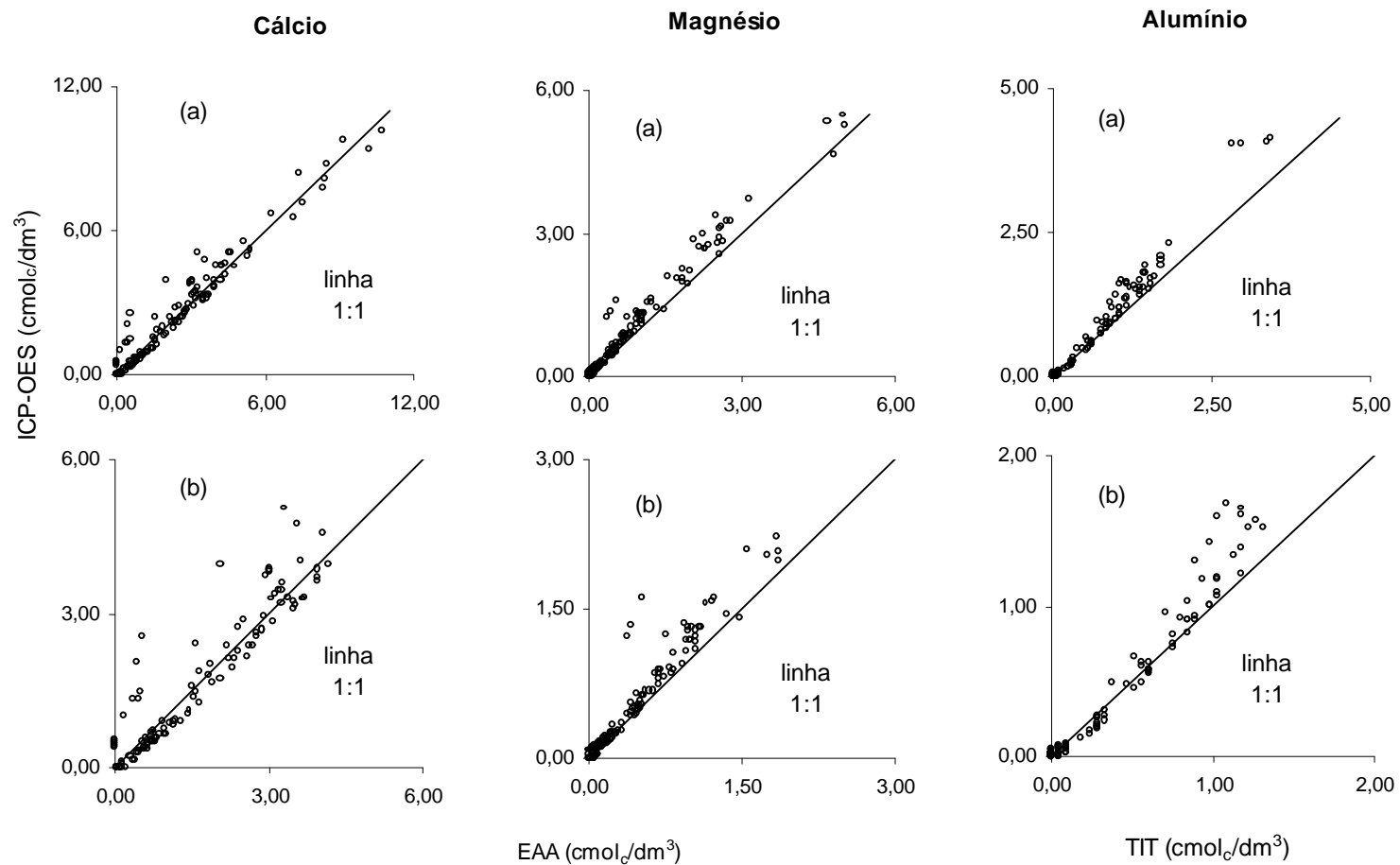


Figura 4. Relação entre os teores de Ca^{2+} , Mg^{2+} , e Al^{3+} extraídos por KCl 1,0 mol/L e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção atômica (EAA) ou titulometria, considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

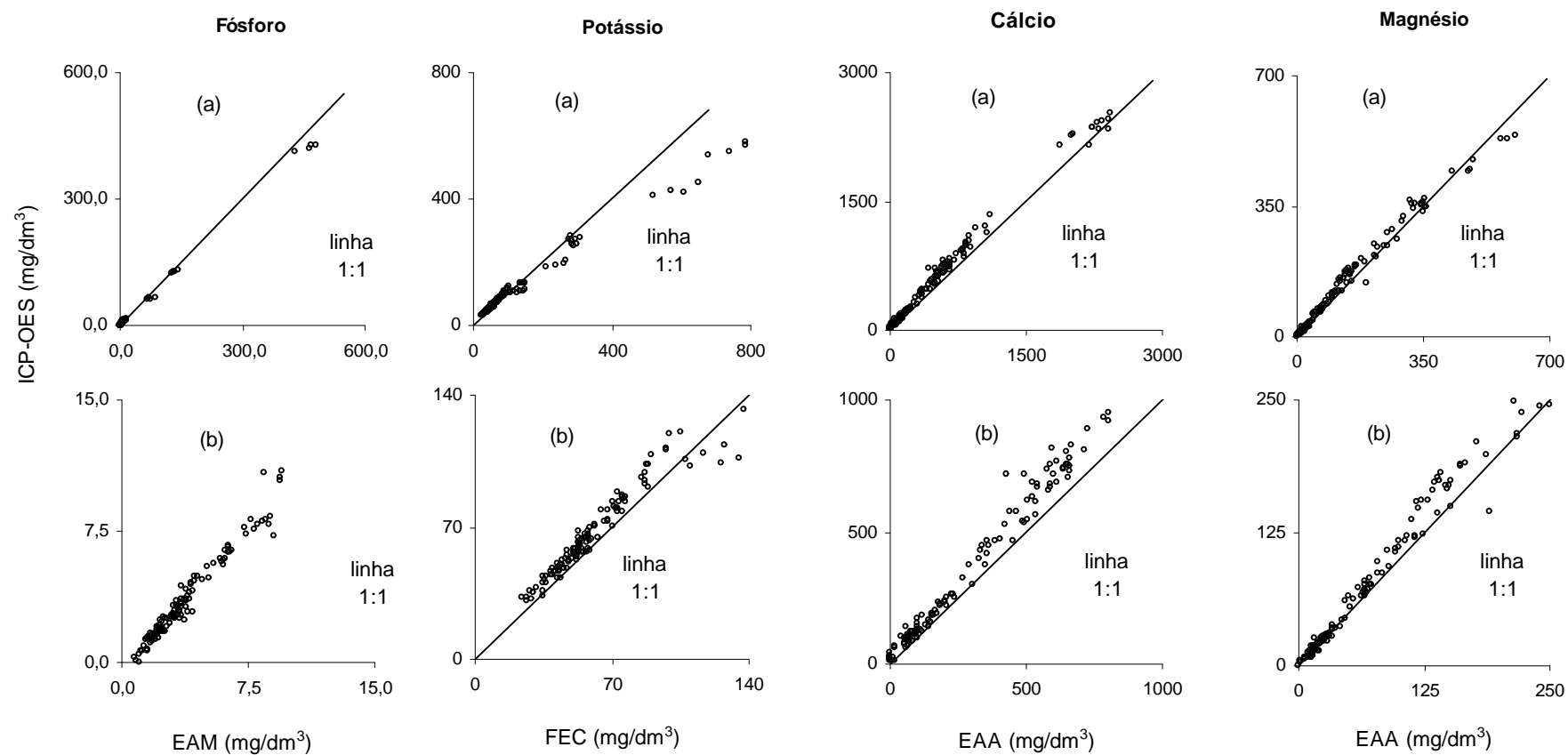


Figura 5. Relação entre os teores de P, K, C e Mg extraídos por Mehlich-3 e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção molecular (EAM), fotometria em chama (FEC) ou espectrofotometria de absorção atômica (EAA), considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

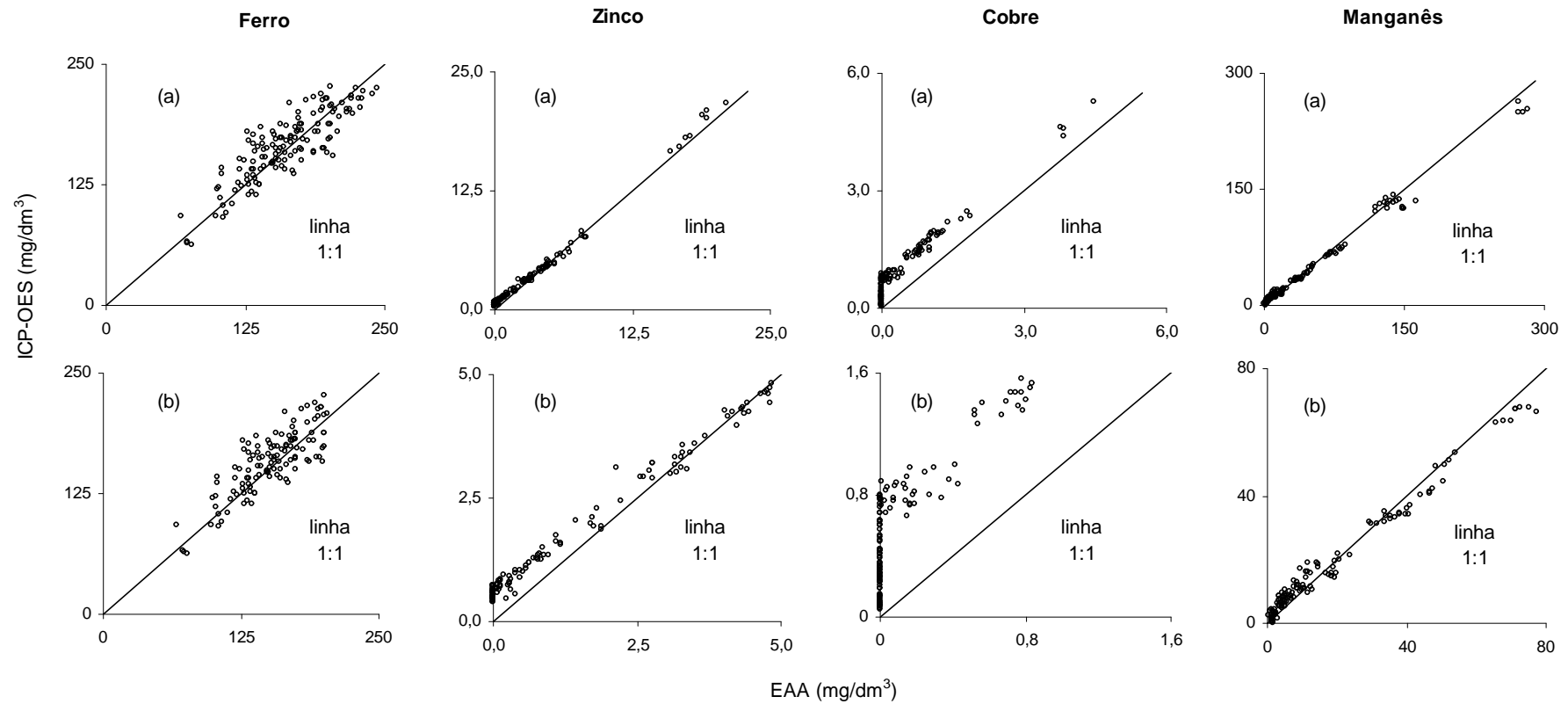


Figura 6. Relação entre os teores de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos por Mehlich-3 e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção atômica (EAA), considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

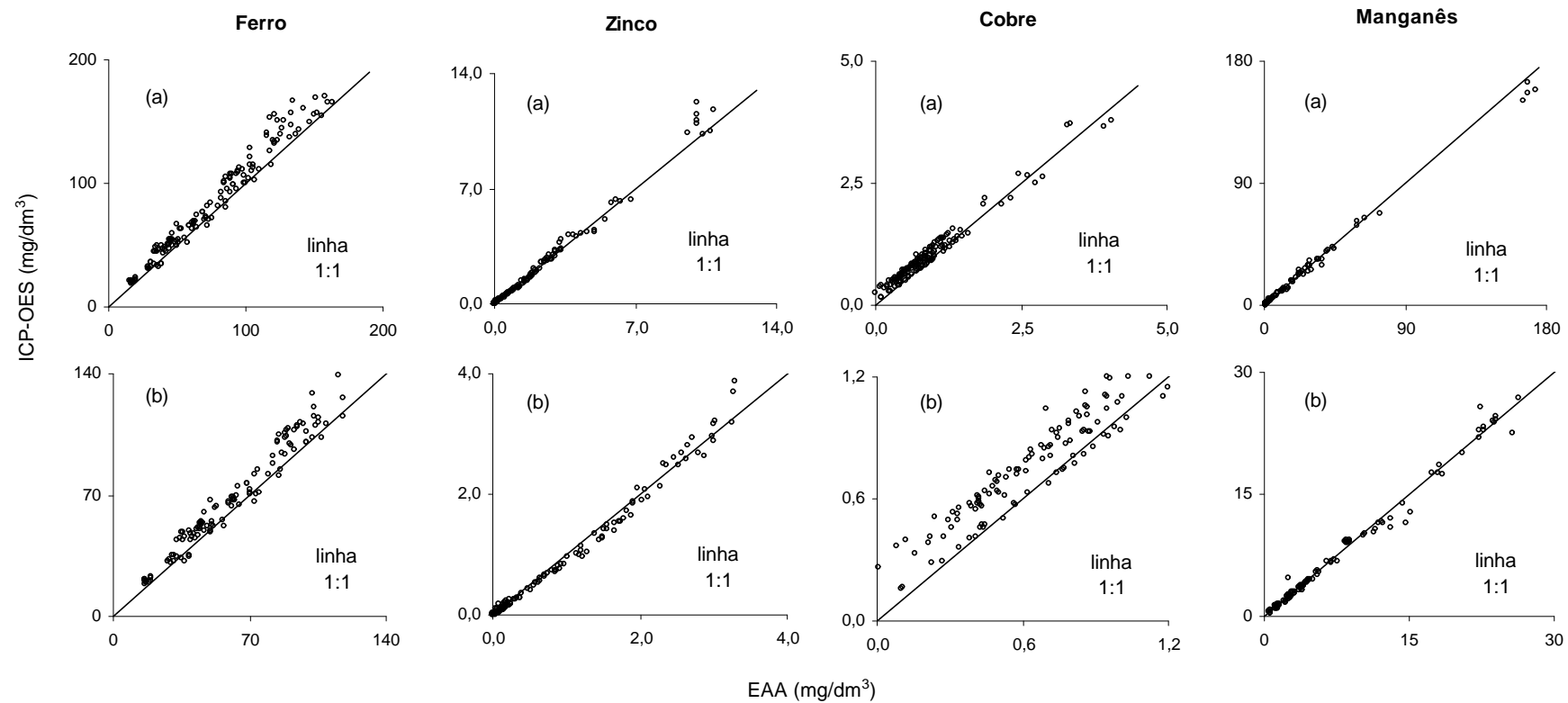


Figura 7. Relação entre os teores de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos por DTPA-TEA e dosados por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e espectrofotometria de absorção atômica (EAA), considerando todas as observações (a) e 120 observações (b).

5. RESUMO E CONCLUSÕES

Neste trabalho, objetivou-se comparar as dosagens em análises químicas de fertilidade do solo por métodos de rotina com as dosagens obtidas por espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES), utilizando os extratores Mehlich-1 (P, K, Fe, Zn, Cu e Mn), KCl 1,0 mol/L (Ca^{2+} , Mg^{2+} e Al^{3+}), Mehlich-3 (P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn) e DTPA-TEA (Fe, Zn, Cu e Mn).

Foram empregadas amostras da camada superficial (0-20 cm) de 36 solos de Minas Gerais e Bahia, com ampla variação em suas características e propriedades físicas e químicas.

Os seguintes métodos de dosagens foram utilizados: P por espectrofotometria de absorção molecular (EAM), K por fotometria de emissão em chama (FEC), acidez trocável (Al^{3+}) por titulometria (TIT), Ca, Mg, Fe, Cu, Mn e Zn por espectrofotometria de absorção atômica (EAA) e P, K, Ca, Mg, Al, Fe, Zn, Cu e Mn por ICP-OES.

Ajustou-se o método ICP-OES, definindo os comprimentos de onda de cada elemento para cada método de extração. O ICP-OES possibilita a verificação da ocorrência de interferências espectrais que muitas vezes são minimizadas com a adoção de medidas corretivas fornecidas pelo próprio aparelho. Dos elementos estudados, as interferências mais preocupantes foram as de Cu sobre o P. A confecção das curvas de calibração do ICP-OES obedeceu aos critérios da faixa ótima de detecção do aparelho, bem

como da faixa esperada de ocorrência dos nutrientes no solo, tomando-se o cuidado de minimizar o efeito de matriz.

Avaliou-se a precisão e a reprodutibilidade dos métodos de dosagens utilizando três solos com ampla variação em suas características químicas, sendo estes solos analisados em dez séries com três repetições por série. O coeficiente de variação dentro da série representou a precisão e entre séries a reprodutibilidade. Os métodos de dosagem mostraram-se precisos e com boa reprodutibilidade, para todos os extratores. Quando os teores dos elementos nas amostras utilizadas, apresentaram-se baixos, tanto a precisão quanto a reprodutibilidade do ICP-OES foram melhores que as dos métodos de rotina.

Para determinar o grau de aproximação entre os teores obtidos com o ICP-OES e com os métodos de rotina, os tratamentos foram arranjados em esquema fatorial 2 x 36, correspondendo aos 2 métodos de dosagem e aos 36 solos, no delineamento em blocos casualizados, com quatro repetições.

Para as dosagens no ICP-OES, não se fez necessária a utilização de reagentes de trabalho, entretanto, para a leitura do extrato de KCl 1,0 mol/L, o mesmo foi diluído 4 vezes a fim de não causar entupimentos nem danos ao aparelho em virtude do possível acúmulo de sais.

A igualdade entre os métodos de dosagem foi verificada através da aplicação de um teste de identidade entre métodos e ocorreu somente para Ca^{2+} , extraído por KCl 1,0 mol/L. Para os outros elementos, o ICP apresentou pequena superestimação, de maneira geral, em relação aos métodos de rotina.

As diferenças absolutas entre os teores obtidos pelo ICP-OES e pelos métodos de rotina, correlacionaram-se melhor com o pH, para a maioria das determinações. Não foi observada nenhuma correlação entre as diferenças absolutas dos teores de P, por diferentes métodos de dosagem, com o teor de matéria orgânica dos solos.

BIBLIOGRAFIA

- ALVAREZ V.; V.H., NOVAIS, R.F.; DIAS, L.E. & OLIVEIRA, J.A. Determinação e uso do fósforo remanescente. **Boletim Informativo – SBCS**. Viçosa MG. v.25, n.1, p.27-32, 2000.
- BOSS, C.B. & FREDEEN, K.J. **Concepts, instrumentation and techniques in inductively coupled plasma optical emission spectrometry**. Perkin elmer, 110p. 1997.
- BRAGA, J.M. & DEFELIPO, B.V. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solos e plantas. **Rev. Ceres**, v.21, n.113, p.73-85, 1974.
- BRUCE, R.C. & LYONS D.J. A comparison of methods for measuring Al, Ca, Mg in KCl extracts of soils. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.15, n.1, p.15-21, 1984.
- CANTARELLA H.; DECHEN A.R. & RAIJ B. van. Influência da origem do cloreto de potássio utilizado em extrações de amostras de solos, nos resultados de alumínio trocável. **Bragantia**, Campinas, v.40, p.189-192, 1981.
- COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO DO ESTADO DE MINAS GERAIS. **Recomendação para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais (5ª Aproximação)**. Viçosa, MG, 1999. 359 p.

COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO – RS/SC. **Recomendações de adubação e de calagem para os Estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina.** 3.ed. Passo Fundo, SBCS – Núcleo Regional, 1994.

COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C. & RAIJ, B. van. Revising titration procedures for the determination of exchangeable acidity and exchangeable aluminium in soils. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.29, n.11-14, p.1983-1989, 1998.

DEFELIPO, B.V. & RIBEIRO, A.C. **Análise química do solo (metodologia).** 2. ed. Viçosa, MG: UFV, 1997. 26p. (Boletim de extensão 29).

ECKERT, D.J. & WATSON, M.E. Integrating the Melihch-3 extractant into existing soil teste interpretations shemes. **Commun. Soil Sci. Plant.**, v.27, n.5-8, p.1237-1249, 1996.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA-EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de métodos de análise de solo.** 2.ed. Rio de Janeiro, 1997. 212p.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA-EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes.** Brasília, 1999. 370p.

FASSEL, V.A. Current and potencial application of inductively coupled plasma (ICP) atomic emission spectoscopy (AES) in the exploration, mining, and processing of materials. **Pure Appl. Chem.**, v.49, p.1533-1545, 1977.

GRAYBILL, F.A. **Theory and application of the linear model.** Duxbury Press Belmont, CA, 1976.

HAMALOVA, M.; HODSLAVSKA, J. & JANOS, P. Determination of phosphorus, potassium and magnesium in fertilizers by inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy and comparison with other techniques. **Journal of AOAC International**, v.80, n.6, p.1151-1155, 1997.

- HYLANDER, L.D.; SVENSSON, H.I. & SIMAN, G. Comparasion of different methods for determination of phosphorus in clcium chloride extracts for predetion of availability to plants. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.26, n.5-7, p.913-925, 1995.
- HYLANDER, L.D.; SVENSSON, H.I. & SIMAN, G. Different methods for determination of plant avaliabile soil phosphorus. **Commun. Soil. Sci. Plant Anal.**, v.27, n.5-7, p. 1501-1512, 1996.
- KLESTA, E.J. & BARTZ, J.K. Quality assurance and control. In: BARTELS, J.M. & BIGHAM, J.M. eds. **Methods of soil analysis**. Part 3. Chemical Methods. Madison: Soil Science Society of America, 1996. P.19-48.
- LABHSETWAR, V.K. & SOLTANPOUR, P.N. A comparison of NH_4HCO_3 -DTPA, NaHCO_3 , CaCl_2 , and Na_2 -EDTA soil test phosphorus. **Soil Sci. Soc. Am. J.**, v.49, p.1437-1440, 1985.
- LEITE, H.G. & OLIVEIRA, F.H.T. Statistical procedure to test identity between analytical methods. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.37, n.7-8, p. 1105-1118, 2002.
- LIONS, D.J. & LYNCH, P.J. Determination of exchangeable cations (Ca, Mg, Na, K) in aqueos and alcoholic NH_4Cl extracts of soil using ICPEs. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.16, n.1, p.15-26, 1985.
- MEHLICH, A. Mehlich-3 soil test extratant: A modification of Mehlich-2 extractant. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.15, n.2, p.1409-1416, 1984.
- NOVAIS, R.F. de & SMYTH T.J.; **Fósforo em solo e planta em condições tropicais**. Viçosa, MG: UFV, DPS, 1999. 399p.
- RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. & FURLANI, A.M.C., eds. **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2 ed. Campinas. Instituto Agronômico & Fundação, 1996. 285 p. (Boletim Técnico 100).

RAIJ, B. van; de Andrade J.C.; CANTARELLA, H. & QUAGGIO, J.A., eds.
Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais.
Campinas, Instituto Agrônomo, 2001. 285p.

REEUWIJK, L.P. van & HOUBA, V.J.G., **Guidelines for quality management in soil and plant laboratories.** Rome, ISRIC/FAO, 1998. 143p. (FAO Soil Bull. 74).

SOLTANPOUR, P.N.; WORKMAN, S.M. & SCHWAB A.P. Use of inductively-coupled plasma spectrometry for the simultaneous determination of macro and micronutrients in NH_4HCO_3 -DTPA extracts of soils. **Soil Sci. Soc. Am. J.**, v.43, p.75-78, 1979.

SOLTANPOUR, P.N.; JONES, J.B. Jr. & WORKMAN, S.M. Optical emission spectrometry. In: PAGE, A. L. **Methods of soil analysis.** Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2.ed. Madison: American Society of Agronomy, 1982. p.29-63.

VOCASEK, F.F. & FRIEDERICKS, J.B. Soil micronutrient extraction by Mehlich-3 compared to CaCl_2 -DTPA. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.25, n.9-10, p.1583-1593, 1994.

WILLETT, I.R. & ZARCINAS, B.A. Nitric acid dissolution and multi-element analysis of soil and sediments by inductively coupled plasma spectrometry. **Commun. Soil Sci. Plant Anal.**, v.17, n.2, p 183-193, 1986.

ZBIRAL, J. Analysis of Mehlich-3 soil extracts by ICP-AES. **Rostlinna-Vyroroba**, v.46, n.4, p.141-146, 2000.

APÊNDICE A

Quadro 1A. Análise de variância dos teores de P, K, Fe, Zn, Cu e Mn (mg/dm³) extraídos por Mehlich-1 e dosados pelo método da espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e pelos métodos de rotina (MR)⁽¹⁾.

Fonte de Variação	GL	QMR					
		P	K	Fe	Zn	Cu	Mn
Blocos	3	21,13	801,26	15592,97**	0,60*	24,82*	350,32**
Métodos	1	6119,95**	75649,48**	64700,90**	14,47**	0,02	5073,83**
(GSP ⁽²⁾ +GSF ⁽³⁾) vs GSA ⁽⁴⁾ d/ MR	1	58586,06**	73287,20**	12740,28**	868,97**	253,29**	19625,33**
GSP vs GSF d/ MR	1	1693,77**	86822,34**	112842,10**	352,22**	19,44	7345,93**
SP ⁽⁵⁾ d/ MR	11	1374,06**	79815,37**	176871,40**	72,65**	8,64	8684,97**
SF ⁽⁶⁾ d/ MR	11	15,31	15,65	124337,80**	11,18**	0,35	42485,30**
SA ⁽⁷⁾ d/ MR	11	45709,31**	72837,37**	610849,40**	495,91**	51,55**	22636,98**
(GSP+GSF) vs GSA d/ ICP-OES	1	145730,80**	111915,80**	74859,66**	917,23**	39,12*	23462,16**
GSP vs GSF d/ ICP-OES	1	1847,50**	131506,40**	45019,19**	280,46**	16,89	7056,97**
SP d/ ICP-OES	11	1541,22**	117494,70**	193370,70**	66,23**	10,72	10051,20**
SF d/ ICP-OES	11	21,14	3159,83**	132388,60**	10,44**	0,79	44636,34**
SA d/ ICP-OES	11	140935,20**	109433,00**	506778,50**	528,94**	5,56	23488,85**
Resíduo	213	13,42	338,05	1345,60	0,18	8,41	36,36
C.V. (%)		13,97	17,92	9,93	8,78	181,33	9,43

⁽¹⁾P por espectrofotometria de absorção molecular, K por fotometria de emissão em chama e Fe, Zn, Cu e Mn por espectrofotometria de absorção atômica; ⁽²⁾Grupo de solos sob pastagem; ⁽³⁾Grupo de solos sob floresta; ⁽⁴⁾Grupo de solos sob agricultura; ⁽⁵⁾Solos sob pastagem; ⁽⁶⁾Solos sob floresta; ⁽⁷⁾Solos sob agricultura; * e ** : Significativos a 5 e 1 %, respectivamente pelo teste F.

Quadro 2A. Análise de variância dos teores de Ca, Mg e Al trocáveis (cmol_c/dm³) extraídos por KCl 1,0 mol/L e dosados pelo método da espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e pelo método de rotina (MR)⁽¹⁾.

Fonte de Variação	GL	QMR		
		Ca	Mg	Al
Blocos	3	2,77**	0,05	0,16**
Método	1	0,59	2,11**	0,15
(GSP ⁽²⁾ +GSF ⁽³⁾) vs GSA ⁽⁴⁾ d/ MR	1	49,58**	0,13*	10,54**
GSP vs GSF d/ MR	1	106,64**	35,52**	8,39**
SP ⁽⁵⁾ d/ MR	11	19,83**	7,68**	3,22**
SF ⁽⁶⁾ d/ MR	11	5,69**	0,80**	0,84**
SA ⁽⁷⁾ d/ MR	11	26,04**	1,88**	0,35**
(GSP+GSF) vs GSA d/ ICP-OES	1	68,79**	0,001	12,99**
GSP vs GSF d/ ICP-OES	1	104,07**	42,26**	13,69**
SP d/ ICP-OES	11	22,12**	9,23**	4,90**
SF d/ ICP-OES	11	6,92**	1,41**	1,29**
SA d/ ICP-OES	11	32,52**	3,04**	0,39**
Resíduo	213	0,19	0,03	0,04
C.V. (%)		18,69	18,25	31,56

⁽¹⁾Ca e Mg por espectrofotometria de absorção atômica e Al por titulometria; ⁽²⁾Grupo de solos sob pastagem; ⁽³⁾Grupo de solos sob floresta; ⁽⁴⁾Grupo de solos sob agricultura; ⁽⁵⁾Solos sob pastagem; ⁽⁶⁾Solos sob floresta; ⁽⁷⁾Solos sob agricultura; * e ** : Significativos a 5 e 1 %, respectivamente pelo teste F.

Quadro 3A. Análise de variância dos teores de P, K, Ca, Mg, Fe, Zn, Cu e Mn (mg/dm³) extraídos por Mehlich-3 e dosados pelo método da espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e pelo método de rotina (MR)⁽¹⁾.

Fonte de Variação	GL	QMR							
		P	K	Ca	Mg	Fe	Zn	Cu	Mn
Blocos	3	3,57	1338,73**	114378,30**	1743,39**	1248,74**	0,03	0,18	62,93**
Métodos	1	235,51**	5016,32**	373344,50**	1313,06**	35,01	9,25**	18,93**	172,61**
(GSP ⁽²⁾ +GSF ⁽³⁾) vs GSA ⁽⁴⁾ d/ MR	1	72849,81**	83902,87**	3993433,00**	2192,74**	3745,70**	346,83**	10,12**	2680,97**
GSP vs GSF d/ MR	1	1361,98**	149950,40**	4827527,00**	622464,40**	15607,44**	136,55**	3,25**	6731,82**
SP ⁽⁵⁾ d/ MR	11	1717,30**	166528,20**	1247675,00**	126604,30**	4349,49**	26,58**	1,13**	8347,66**
SF ⁽⁶⁾ d/ MR	11	19,65*	3129,45**	188647,90**	15880,57**	2471,75**	7,50**	0,007	24492,18**
SA ⁽⁷⁾ d/ MR	11	70542,95**	101916,50**	2336177,00**	57896,25**	7777,48**	166,86**	4,96**	10615,40**
(GSP+GSF) vs GSA d/ ICP	1	62228,37**	39387,59**	4624337,00**	5001,81**	15835,13**	351,12**	22,62**	1524,92**
GSP vs GSF d/ ICP-OES	1	1064,15**	108705,40**	5855797,00**	646465,90**	5171,90**	101,61**	4,42**	5951,23**
SP d/ ICP-OES	11	1206,70**	90025,23**	1444713,00**	108587,60**	3614,50**	21,25**	2,00**	8012,64**
SF d/ ICP-OES	11	29,24**	1738,90**	254694,80**	17871,10**	3293,52**	5,81**	0,27**	20295,79**
SA d/ ICP-OES	11	59447,43**	51566,09**	2430938,00**	55229,21**	8046,25**	174,66**	5,25**	8485,86**
Resíduo	213	9,42	101,08	2188,73	108,11	212,73	0,22	0,07	5,23
C.V. (%)		14,05	9,07	8,73	8,30	8,91	15,31	12,97	5,72

⁽¹⁾P por espectrofotometria de absorção molecular, K por fotometria de emissão em chama e Ca, Mg, Fe, Zn, Cu e Mn por espectrofotometria de absorção atômica; ⁽²⁾Grupo de solos sob pastagem; ⁽³⁾Grupo de solos sob floresta; ⁽⁴⁾Grupo de solos sob agricultura; ⁽⁵⁾Solos sob pastagem; ⁽⁶⁾Solos sob floresta; ⁽⁷⁾Solos sob agricultura; * e ** : Significativos a 5 e 1 %, respectivamente pelo teste F.

Quadro 4A. Análise de variância dos teores de Fe, Zn, Cu e Mn extraídos por DTPA-TEA (mg/dm³) e dosados pelo método da espectrofotometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) e pelo método de rotina (MR)⁽¹⁾.

Fonte de Variação	GL	QMR			
		Fe	Zn	Cu	Mn
Blocos	3	730,49**	0,31*	0,10**	21,49**
Métodos	1	4126,73**	0,003	0,85**	27,72**
(GSP ⁽²⁾ +GSF ⁽³⁾) vs GSA ⁽⁴⁾ d/ MR	1	47820,79**	85,94**	7,80**	975,91**
GSP vs GSF d/ MR	1	12240,86**	41,46**	3,95**	18,08**
SP ⁽⁵⁾ d/ MR	11	4426,04**	13,33**	1,74**	1573,23**
SF ⁽⁶⁾ d/ MR	11	5395,81**	6,27**	0,33**	9189,04**
SA ⁽⁷⁾ d/ MR	11	4088,75**	51,03**	3,04**	434,81**
(GSP+GSF) vs GSA d/ ICP	1	48785,87**	111,13**	7,81**	724,40**
GSP vs GSF d/ ICP-OES	1	18876,86**	46,19**	2,85**	39,33**
SP d/ ICP-OES	11	5496,76**	14,29**	1,46**	1531,79**
SF d/ ICP-OES	11	6314,46**	5,87**	0,27**	7986,10**
SA d/ ICP-OES	11	5737,78**	61,36**	2,87**	426,17**
Resíduo	213	19,28	0,11	0,01	2,67
C.V. (%)		5,61	17,78	10,76	10,41

⁽¹⁾Espectrofotometria de absorção atômica; ⁽²⁾Grupo de solos sob pastagem; ⁽³⁾Grupo de solos sob floresta; ⁽⁴⁾Grupo de solos sob agricultura; ⁽⁵⁾Solos sob pastagem; ⁽⁶⁾Solos sob floresta; ⁽⁷⁾Solos sob agricultura; * e ** : Significativos a 5 e 1 %, respectivamente pelo teste F.

APÊNDICE B

Quadro 1B. Teores de P, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e EAM

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAM	ICP	EAM	ICP	EAM	ICP	EAM
	-----mg/dm ³ -----							
1	12,3	10,4	11,6	9,1	12,3	10,1	12,0	10,2
2	3,2	3,1	3,2	2,3	3,0	2,6	3,0	2,9
3	6,1	5,6	5,7	4,5	6,3	5,2	5,4	4,4
4	0,7	1,0	1,1	0,8	0,7	0,8	0,6	0,8
5	7,2	6,2	7,5	6,0	7,4	5,6	6,9	5,6
6	3,2	2,7	3,6	2,7	3,2	2,5	2,7	2,3
7	20,8	20,3	17,6	14,3	22,0	20,2	18,9	16,0
8	2,9	2,8	3,9	2,8	3,4	3,0	3,3	2,7
9	71,3	69,7	74,3	65,8	75,2	74,0	70,9	65,4
10	9,2	8,3	8,1	7,1	9,3	7,9	9,0	8,0
11	9,7	9,1	10,2	8,7	10,6	8,8	9,9	8,6
12	5,5	4,5	5,6	4,8	5,4	4,7	5,4	4,5
13	4,4	3,8	4,8	3,3	4,5	3,5	4,3	3,3
14	6,5	5,1	6,3	4,4	6,6	4,6	6,3	4,5
15	2,5	2,4	2,8	2,2	2,7	2,2	2,6	2,2
16	2,4	2,2	2,7	2,1	2,8	2,1	2,3	2,1
17	2,3	2,3	3,5	2,7	2,5	2,0	3,2	2,7
18	3,6	3,1	3,7	2,8	4,0	2,8	3,3	2,7
19	4,2	3,6	5,1	3,7	4,7	3,6	4,4	3,5
20	2,6	2,3	2,8	2,0	3,0	2,1	2,5	2,1
21	2,0	1,8	1,9	1,5	2,2	1,7	1,8	1,5
22	3,3	2,8	3,9	2,8	3,5	2,5	3,3	2,4
23	1,8	1,6	1,9	1,5	2,2	1,4	2,0	1,4
24	9,6	8,8	10,1	8,6	10,3	8,7	10,2	8,6
25	14,5	14,3	17,9	16,0	15,6	14,3	16,2	14,5
26	4,4	4,2	4,4	3,9	5,0	4,5	4,4	4,1
27	7,4	6,3	6,8	5,6	7,3	5,8	6,9	5,6
28	173,5	175,4	167,9	166,1	175,8	181,8	176,5	169,9
29	18,5	18,0	20,3	18,9	20,0	18,3	21,9	20,5
30	#	#	#	#	#	#	#	#
31	3,3	3,2	3,8	3,0	3,5	3,0	3,6	3,2
32	6,6	6,4	7,0	6,1	7,2	6,7	7,5	6,5
33	3,2	3,3	3,9	3,4	3,8	3,4	3,8	3,4
34	9,4	8,9	9,4	8,2	9,5	8,4	9,0	7,6
35	4,8	3,8	5,3	3,4	5,8	3,8	5,3	3,7
36	6,7	6,3	7,5	6,4	7,8	6,3	7,7	6,1

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 2B. Teores de K, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e FEC

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	FEC	ICP	FEC	ICP	FEC	ICP	FEC
	-----mg/dm ³ -----							
1	134	91	130	86	133	85	131	87
2	67	43	63	40	61	40	59	36
3	74	53	81	51	85	54	83	54
4	21	16	22	11	24	12	23	12
5	100	78	107	75	106	76	108	77
6	40	32	42	26	41	27	43	28
7	359	248	356	242	384	277	351	230
8	39	31	54	33	51	32	48	31
9	580	505	598	513	609	523	608	470
10	63	51	70	50	75	51	76	51
11	67	50	85	55	85	55	84	54
12	22	21	32	20	29	18	30	19
13	56	41	66	38	67	40	71	41
14	123	87	130	87	136	91	137	84
15	42	33	54	33	53	32	54	33
16	38	30	47	27	51	29	53	29
17	54	45	66	42	67	43	64	42
18	40	32	49	28	47	28	48	29
19	50	39	61	37	61	37	63	37
20	34	27	41	24	41	25	42	26
21	47	36	53	31	59	36	55	34
22	57	42	71	41	66	39	72	41
23	18	16	28	15	27	15	28	15
24	90	73	103	69	97	69	104	69
25	112	91	117	82	117	86	126	88
26	62	50	72	46	71	46	74	46
27	50	44	60	39	59	40	59	39
28	533	405	601	705	589	443	645	420
29	333	248	338	247	351	252	339	230
30	260	183	265	176	264	186	272	170
31	146	111	149	109	144	107	163	108
32	46	44	54	38	57	41	57	41
33	73	59	83	57	86	60	86	59
34	70	57	79	53	80	56	71	49
35	51	42	59	39	59	41	57	39
36	32	28	38	24	44	30	40	25

Quadro 3B. Teores de Fe, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	204	204	213	202	233	218	218	207
2	226	215	220	194	244	215	236	208
3	211	204	215	196	225	198	212	194
4	431	434	447	411	490	432	444	400
5	417	434	461	456	492	481	454	425
6	920	1023	964	604	1065	1087	944	938
7	357	315	402	337	415	351	402	320
8	538	574	578	561	579	551	568	517
9	279	278	302	274	331	284	319	265
10	281	271	269	251	307	279	297	257
11	595	613	620	590	694	646	620	547
12	324	350	350	341	328	316	324	308
13	204	168	229	164	249	156	231	147
14	95	89	107	84	114	85	104	81
15	332	324	360	310	392	313	341	280
16	323	312	356	308	380	297	343	266
17	249	241	271	233	285	218	272	220
18	405	389	442	383	478	382	434	350
19	560	591	636	572	647	566	605	498
20	460	456	506	474	528	449	501	420
21	383	366	408	365	433	349	390	303
22	268	238	296	227	345	235	288	193
23	708	674	752	724	818	747	779	680
24	201	194	226	192	236	200	219	175
25	218	223	253	240	261	233	242	211
26	225	224	257	237	267	234	251	213
27	351	363	375	351	403	370	356	322
28	106	122	119	121	130	127	119	113
29	69	68	79	68	77	60	85	68
30	172	162	183	153	197	157	192	152
31	204	193	239	207	239	200	227	187
32	94	90	107	92	106	87	107	85
33	330	336	367	331	376	332	345	309
34	337	339	375	338	382	332	374	319
35	1316	1555	1352	1484	1595	1654	1355	1387
36	475	509	529	504	532	421	551	492

Quadro 4B. Teores de Zn, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-mg/dm ³ -							
1	9,9	10,2	8,9	9,4	8,6	8,4	8,6	9,0
2	2,9	2,8	2,9	2,5	2,5	2,4	2,5	2,3
3	6,1	6,2	6,3	6,3	6,4	5,8	6,4	6,3
4	0,5	0,0	0,6	0,0	0,5	0,4	0,5	0,0
5	6,5	6,3	6,9	6,8	6,5	6,2	6,7	6,7
6	5,9	5,7	5,8	5,7	5,7	5,5	5,7	5,7
7	13,5	14,3	14,9	15,4	15,2	14,8	14,1	13,9
8	0,7	0,2	0,8	0,2	0,8	1,0	0,7	0,5
9	4,1	3,8	4,4	4,0	4,7	4,2	4,5	4,0
10	2,1	1,6	2,1	1,6	2,5	2,2	2,2	1,6
11	5,5	5,4	5,8	5,9	6,2	6,1	5,8	5,5
12	0,5	0,0	0,5	0,0	0,5	0,4	0,5	0,0
13	0,8	0,0	0,8	0,1	0,8	0,3	0,9	0,3
14	1,8	1,1	1,8	1,4	1,8	1,4	1,9	1,3
15	1,9	1,2	1,9	1,4	1,8	1,3	1,7	1,2
16	1,5	0,8	1,6	1,0	1,7	1,3	1,7	1,2
17	0,7	0,0	0,8	0,0	0,7	0,2	0,8	0,0
18	0,9	0,1	0,9	0,3	1,0	0,6	0,9	0,3
19	0,9	0,1	1,0	0,4	1,1	0,5	1,1	0,4
20	0,7	0,0	0,6	0,0	0,6	0,0	0,6	0,0
21	0,8	0,0	0,7	0,0	0,8	0,3	0,8	0,1
22	0,8	0,0	0,9	0,1	0,8	0,3	0,9	0,3
23	0,7	0,0	0,6	0,0	0,6	0,1	0,7	0,0
24	6,1	5,7	6,5	6,1	6,1	5,5	7,1	6,5
25	7,0	6,7	6,4	6,3	6,7	6,5	7,5	7,1
26	3,6	3,3	3,2	3,0	3,3	3,0	3,5	3,3
27	5,3	4,9	5,4	4,9	5,2	4,9	5,1	4,8
28	29,4	29,5	34,2	32,0	30,5	29,8	31,6	31,4
29	5,2	5,2	5,5	5,4	5,5	5,7	5,1	5,1
30	33,7	32,1	34,5	32,5	34,7	32,4	33,5	31,1
31	5,3	5,2	5,9	5,7	5,7	5,6	7,4	7,5
32	5,0	4,6	5,0	4,9	5,4	5,2	5,7	5,4
33	0,9	0,1	0,9	0,2	0,9	0,7	0,9	0,4
34	1,0	0,2	1,1	0,4	0,9	0,4	0,8	0,0
35	2,2	1,4	2,3	1,7	2,2	1,7	2,2	1,5
36	1,1	0,2	1,0	0,3	1,1	0,8	1,1	0,4

Quadro 5B. Teores de Cu, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	1,2	0,8	1,2	0,9	1,1	0,7	1,1	0,7
2	1,3	0,7	1,2	0,7	1,2	0,8	1,2	0,6
3	1,1	0,6	1,2	0,7	1,2	0,6	1,1	0,6
4	2,9	2,3	3,0	2,4	3,1	2,3	2,8	2,3
5	2,8	2,2	2,9	1,6	2,8	2,2	2,7	2,1
6	5,7	5,3	5,8	4,4	5,7	4,8	5,7	5,0
7	2,5	2,1	2,7	1,6	3,0	2,4	2,5	1,9
8	0,1	0,0	0,2	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
9	0,6	0,1	0,6	0,0	0,6	0,0	0,6	0,0
10	0,4	0,0	0,5	0,0	0,5	0,0	0,5	0,0
11	0,6	0,1	0,7	0,0	0,7	0,1	0,6	0,0
12	0,1	0,0	0,2	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
13	0,8	0,2	0,9	0,4	0,8	0,2	0,8	0,2
14	0,7	0,1	0,8	0,4	0,8	0,1	0,8	0,0
15	0,7	0,1	0,8	0,0	0,8	0,1	0,7	0,2
16	0,3	0,0	0,3	0,1	0,3	0,0	0,3	0,0
17	1,6	1,0	1,8	1,2	1,7	0,8	1,6	0,8
18	0,2	0,0	0,3	0,0	0,2	0,0	0,3	0,0
19	0,6	0,1	0,7	0,0	0,7	0,0	0,7	0,1
20	0,8	0,2	0,8	0,0	0,8	0,1	0,8	0,2
21	0,2	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0
22	0,7	0,3	0,9	0,0	0,9	0,0	0,8	0,1
23	0,9	0,4	1,0	0,0	1,0	0,3	1,0	0,4
24	1,3	0,8	1,5	0,4	1,5	0,5	1,5	0,8
25	2,7	2,2	2,9	10,7	2,9	1,9	2,9	2,0
26	0,7	0,2	0,8	0,2	0,8	0,1	0,8	0,1
27	2,7	2,0	2,8	2,5	2,9	1,9	2,7	1,8
28	4,6	4,2	5,3	4,4	5,5	4,4	4,7	4,0
29	0,8	0,3	0,9	0,1	0,9	0,2	0,9	0,1
30	3,1	2,5	3,4	3,0	3,5	46,3	3,1	2,4
31	1,2	0,5	1,3	0,8	1,2	16,8	1,2	0,5
32	2,2	1,7	2,4	1,7	2,4	15,8	2,5	1,7
33	1,7	1,2	2,1	1,5	2,1	3,2	1,9	0,9
34	1,6	1,1	1,7	0,8	1,8	2,4	1,5	0,7
35	2,1	1,7	2,3	0,2	2,3	6,2	2,2	1,4
36	2,7	2,2	2,9	1,4	2,9	3,6	2,9	2,0

Quadro 6B. Teores de Mn, extraídos com Mehlich-1 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	75	73	77	75	80	74	80	75
2	31	25	31	23	32	21	31	20
3	45	38	47	37	51	38	49	36
4	17	13	20	12	20	12	19	11
5	72	71	81	75	81	73	79	70
6	158	155	167	152	172	148	166	141
7	83	81	87	84	87	81	84	76
8	2	1	4	2	3	1	3	1
9	109	104	117	112	125	110	125	105
10	68	67	66	65	71	68	73	63
11	106	96	118	105	121	105	115	96
12	0	0	2	0	2	1	2	0
13	29	18	33	18	34	16	33	17
14	77	62	84	62	84	59	84	59
15	12	9	14	9	15	8	14	8
16	7	5	8	5	9	5	10	5
17	16	12	17	11	19	11	18	11
18	2	1	3	1	3	1	3	1
19	7	5	8	5	8	4	9	5
20	17	11	18	11	18	10	19	11
21	6	5	7	4	8	5	7	4
22	13	9	15	9	14	8	16	8
23	21	15	24	17	23	15	23	15
24	342	351	399	391	380	363	396	361
25	106	101	112	103	116	104	121	101
26	32	29	35	28	36	30	41	33
27	110	102	116	104	121	107	112	94
28	268	278	328	298	307	299	276	257
29	56	52	59	51	60	48	53	44
30	90	88	99	93	100	93	91	82
31	20	18	22	18	23	10	24	19
32	123	119	138	123	145	130	142	125
33	20	16	23	17	24	17	23	16
34	35	25	40	26	38	26	33	22
35	64	56	68	37	73	58	65	50
36	32	26	38	29	39	31	38	29

Quadro 7B. Teores de Ca, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	----- cmo _e /dm ³ -----							
1	5,52	5,15	5,06	4,59	5,22	5,47	5,17	5,47
2	2,13	2,22	1,58	1,53	1,36	1,56	1,49	1,58
3	3,32	3,39	2,88	2,51	2,71	2,87	2,70	2,86
4	0,41	0,64	0,00	0,05	0,00	0,11	0,00	0,03
5	3,19	3,24	2,75	2,39	2,56	2,75	2,83	3,10
6	2,25	2,41	1,86	1,66	1,64	1,91	2,14	2,35
7	8,79	8,47	8,39	7,41	7,79	8,35	8,15	8,42
8	0,91	1,16	0,51	0,54	0,37	0,64	0,92	1,19
9	2,94	2,93	2,37	2,17	2,36	2,62	2,62	2,76
10	4,50	4,22	4,04	3,64	3,63	3,94	4,12	4,39
11	5,10	4,58	4,75	3,56	4,60	4,36	4,56	4,04
12	0,66	0,85	0,23	0,28	0,15	0,39	0,52	0,76
13	0,59	0,78	0,22	0,27	0,13	0,35	0,55	0,73
14	3,96	2,04	3,43	3,20	3,22	3,50	3,89	3,96
15	0,57	0,80	0,06	0,13	0,00	0,23	0,41	0,61
16	0,50	0,72	0,08	0,13	0,00	0,14	0,47	0,66
17	0,85	1,06	2,05	0,42	0,31	0,57	0,76	0,95
18	0,59	0,83	0,00	0,05	0,00	0,11	0,38	0,57
19	0,55	0,00	0,10	0,15	0,00	0,15	0,46	0,65
20	0,50	0,00	0,00	0,05	0,00	0,11	0,31	0,48
21	0,48	0,00	0,00	0,03	0,00	0,10	0,28	0,43
22	0,43	0,00	0,00	0,02	0,00	0,10	0,31	0,49
23	0,38	0,00	0,00	0,04	0,00	0,11	0,29	0,48
24	3,82	3,03	3,59	3,26	3,31	3,71	3,94	4,17
25	3,83	3,01	3,40	3,13	3,17	3,51	3,94	4,16
26	3,89	3,03	3,44	3,23	3,27	3,65	3,70	3,97
27	3,74	2,96	3,27	3,05	3,10	3,50	3,28	3,66
28	#	#	9,79	9,15	9,38	10,24	10,12	10,71
29	5,04	3,30	4,51	4,27	4,46	4,76	4,94	5,31
30	#	#	6,68	6,29	6,52	7,18	7,14	7,56
31	2,53	0,55	2,00	1,88	1,94	2,31	2,37	2,70
32	2,42	1,58	1,79	1,83	1,72	2,03	2,17	2,57
33	1,47	0,50	0,72	0,74	0,66	1,01	1,05	1,42
34	1,31	0,36	0,69	0,74	0,63	0,95	1,10	1,48
35	1,02	0,18	0,56	0,60	0,52	0,80	0,89	1,28
36	1,33	0,48	0,91	0,94	0,84	1,13	1,24	1,66

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 8B. Teores de Mg, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	----- cmo _e /dm ³ -----							
1	2,09	1,55	2,04	1,75	2,07	1,85	1,98	1,85
2	0,88	0,70	0,80	0,68	0,68	0,64	0,74	0,69
3	1,31	1,09	1,30	1,05	1,18	1,00	1,16	1,04
4	0,06	0,07	0,03	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01
5	1,31	1,09	1,27	0,97	1,18	1,00	1,10	1,04
6	0,58	0,51	0,56	0,41	0,46	0,41	0,53	0,49
7	2,97	2,25	2,88	2,07	2,69	2,30	2,69	2,27
8	0,52	0,49	0,50	0,43	0,43	0,45	0,49	0,50
9	2,92	2,57	2,72	2,17	2,76	2,36	2,57	2,57
10	3,24	2,70	3,13	2,60	2,81	2,52	2,84	2,63
11	5,36	4,68	5,44	4,98	5,26	5,01	4,64	4,79
12	0,24	0,21	0,22	0,16	0,15	0,18	0,21	0,23
13	0,19	0,17	0,17	0,11	0,11	0,13	0,20	0,18
14	0,69	0,60	0,65	0,47	0,54	0,52	0,69	0,56
15	0,15	0,13	0,11	0,05	0,04	0,10	0,13	0,12
16	0,13	0,12	0,12	0,06	0,02	0,07	0,15	0,12
17	0,26	0,22	#	#	0,16	0,19	0,26	0,24
18	0,14	0,12	0,07	0,01	0,00	0,05	0,09	0,09
19	0,18	0,19	0,15	0,09	0,06	0,04	0,17	0,16
20	0,12	0,12	0,08	0,02	0,00	0,05	0,09	0,08
21	0,14	0,14	0,10	0,03	0,01	0,06	0,12	0,09
22	0,15	0,15	0,11	0,04	0,04	0,08	0,14	0,11
23	0,07	0,08	0,07	0,00	0,00	0,02	0,06	0,05
24	#	#	2,23	1,85	1,95	1,96	2,21	1,98
25	1,34	0,42	1,35	0,93	1,19	0,96	1,41	1,48
26	1,60	0,53	1,62	1,22	1,44	1,35	1,57	1,22
27	1,23	0,37	1,24	0,76	1,08	0,96	1,06	0,83
28	3,71	3,16	3,36	2,48	3,09	2,56	3,26	2,77
29	0,94	0,91	0,90	0,69	0,85	0,81	0,88	0,83
30	1,55	1,16	1,31	0,98	1,23	1,05	1,31	1,02
31	0,90	0,79	0,85	0,66	0,82	0,74	0,86	0,69
32	0,62	0,55	0,52	0,45	0,49	0,48	0,52	0,51
33	0,62	0,52	0,44	0,38	0,43	0,41	0,44	0,46
34	0,26	0,24	0,18	0,12	0,14	0,16	0,19	0,22
35	0,25	0,25	0,21	0,14	0,17	0,18	0,18	0,22
36	0,35	0,33	0,33	0,24	0,28	0,28	0,28	0,33

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 9B. Teores de Al, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	TIT	ICP	TIT	ICP	TIT	ICP	TIT
	----- cmo _e /dm ³ -----							
1	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00
2	0,12	0,19	0,58	0,61	0,20	0,28	0,22	0,28
3	0,03	0,05	0,06	0,09	0,02	0,09	0,06	0,05
4	0,46	0,52	0,62	0,56	0,62	0,61	0,48	0,47
5	0,00	0,00	0,04	0,09	0,01	0,05	0,06	0,05
6	0,00	0,05	0,02	0,09	0,01	0,05	#	#
7	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	0,03	0,00
8	4,04	2,96	4,15	3,43	4,06	3,38	4,04	2,82
9	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
10	0,00	0,00	0,02	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00
11	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
12	0,74	0,75	0,90	0,85	0,82	0,85	0,90	0,85
13	1,91	1,69	2,01	1,69	2,10	1,69	2,32	1,83
14	0,20	0,28	0,27	0,28	0,24	0,33	0,31	0,33
15	1,38	1,18	1,61	1,18	1,52	1,32	1,68	1,36
16	1,71	1,55	1,78	1,46	1,74	1,60	1,92	1,46
17	0,73	0,75	#	#	0,81	0,75	0,96	0,71
18	1,22	1,18	1,42	0,99	1,33	1,13	1,57	1,27
19	1,53	1,22	1,64	1,18	1,50	1,50	1,68	1,08
20	1,01	0,99	1,18	1,03	1,06	1,03	1,30	0,89
21	1,46	1,36	1,59	1,03	1,42	1,36	1,80	1,41
22	1,55	1,41	1,52	1,36	1,61	1,55	1,79	1,46
23	1,01	0,99	1,18	0,94	1,09	1,03	1,19	1,03
24	#	#	0,17	0,24	0,15	0,24	0,18	0,28
25	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00
26	0,00	0,00	0,04	0,00	0,02	0,00	0,05	0,00
27	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00
28	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00
29	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00
30	0,02	0,09	0,05	0,05	0,01	0,05	0,07	0,05
31	0,03	0,09	0,08	0,09	0,05	0,09	0,08	0,09
32	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00
33	0,50	0,56	0,57	0,61	0,66	0,52	0,60	0,56
34	1,02	0,85	0,93	0,80	0,90	0,89	0,94	0,89
35	0,49	0,38	0,55	0,61	0,57	0,61	0,57	0,61
36	0,20	0,28	0,26	0,28	0,25	0,28	0,27	0,33

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 10B. Teores de P, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAM

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAM	ICP	EAM	ICP	EAM	ICP	EAM
	-----mg/dm ³ -----							
1	7,7	7,3	7,6	7,8	7,9	8,1	8,1	7,7
2	1,7	2,1	2,1	2,3	1,8	2,5	2,0	2,4
3	3,3	3,3	3,5	3,5	3,8	3,9	3,6	3,8
4	0,1	0,9	0,2	0,8	0,4	1,1	0,0	1,1
5	3,5	3,3	3,3	3,6	3,6	3,6	4,2	3,9
6	0,7	1,1	0,9	1,4	1,2	1,8	0,7	1,5
7	10,3	9,4	8,1	8,4	5,9	6,2	6,6	6,3
8	2,0	2,1	2,5	2,6	2,7	2,9	2,0	2,7
9	65,8	72,4	63,3	74,8	63,5	88,1	62,5	68,0
10	10,8	8,5	10,9	9,7	10,7	10,1	10,9	9,8
11	6,7	6,3	6,4	6,6	6,3	6,3	6,3	6,3
12	5,4	5,1	6,0	5,9	6,4	6,1	5,7	6,0
13	2,5	2,3	2,6	2,5	2,6	2,9	2,3	2,8
14	4,4	3,6	4,5	4,1	4,9	4,3	4,7	4,4
15	1,9	2,3	2,1	2,3	2,1	2,3	1,8	2,4
16	1,5	1,9	1,9	2,3	1,7	2,1	1,3	2,1
17	1,8	2,1	2,0	2,3	2,3	2,4	1,8	2,5
18	2,8	3,1	3,1	3,4	3,2	3,6	2,7	3,3
19	2,5	2,7	2,6	3,1	3,0	3,4	2,7	3,5
20	1,6	1,8	1,6	2,0	2,1	2,3	1,4	2,2
21	1,1	1,8	1,5	1,7	1,4	1,9	1,5	1,9
22	1,3	1,6	1,7	1,7	2,0	2,1	1,5	2,1
23	0,7	1,2	1,3	1,4	1,4	1,5	0,7	1,6
24	10,6	9,5	11,8	10,3	10,9	9,5	10,5	9,6
25	8,2	8,6	9,9	10,8	9,6	10,3	9,6	10,7
26	3,0	3,5	3,6	4,1	3,5	3,9	3,2	3,9
27	3,2	3,1	4,0	4,1	3,6	3,7	3,5	3,9
28	127,6	133,6	123,0	126,6	128,5	132,2	129,4	142,4
29	12,8	13,7	11,9	13,1	15,0	15,5	13,0	14,5
30	427,1	479,4	417,6	463,6	412,3	428,8	427,3	467,1
31	2,9	4,2	2,5	3,2	2,9	3,9	2,5	3,5
32	4,5	4,1	4,9	4,5	4,7	4,8	4,8	5,2
33	2,4	3,7	2,6	2,9	2,9	3,5	2,2	2,8
34	7,3	9,0	7,3	7,4	7,9	8,8	8,3	8,8
35	2,6	3,2	4,1	4,2	2,9	3,2	2,6	3,2
36	5,5	6,0	5,7	5,5	6,3	6,5	5,8	6,0

Quadro 11B. Teores de K, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e FEC

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	FEC	ICP	FEC	ICP	FEC	ICP	FEC
	-----mg/dm ³ -----							
1	112	98	119	100	111	98	121	105
2	65	57	65	53	61	54	68	53
3	80	72	84	71	73	66	79	65
4	31	29	36	28	31	26	33	24
5	99	87	103	89	94	87	109	90
6	46	43	51	42	47	43	45	39
7	282	281	277	308	267	284	271	276
8	62	53	66	56	58	51	58	51
9	571	788	581	788	551	738	539	679
10	86	77	84	74	83	77	85	76
11	87	76	88	73	80	73	81	71
12	36	35	44	36	40	36	35	30
13	63	60	70	59	62	57	59	53
14	111	150	110	144	107	135	109	116
15	55	52	53	48	51	48	50	45
16	48	47	53	46	50	44	47	41
17	63	59	65	58	66	58	57	53
18	51	48	52	45	49	43	45	40
19	58	55	63	54	56	51	57	51
20	43	42	48	40	48	42	42	36
21	53	52	58	47	55	47	48	46
22	57	57	68	58	61	53	56	51
23	34	35	44	35	38	31	33	27
24	91	89	103	88	96	86	93	87
25	104	126	113	128	102	110	105	108
26	65	63	71	61	70	61	65	58
27	58	58	64	56	60	54	53	50
28	452	648	419	609	425	569	412	518
29	253	290	256	299	255	284	271	294
30	196	264	204	265	191	240	187	209
31	134	148	135	146	131	142	132	138
32	58	59	61	54	56	55	57	53
33	78	76	86	76	80	73	78	73
34	71	71	79	68	73	68	74	68
35	56	56	64	55	59	53	54	52
36	43	44	46	39	46	41	40	35

Quadro 12B. Teores de Ca, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	1.198	1.057	1.181	955	1.124	1.071	1.332	1.100
2	418	358	324	268	298	304	449	341
3	683	592	622	509	563	535	686	525
4	97	100	22	13	10	17	113	86
5	630	526	575	439	535	493	721	495
6	472	404	399	328	375	349	467	356
7	2.411	2.292	2.154	1.882	2.145	2.189	2.262	2.008
8	190	170	121	80	125	116	193	156
9	667	587	576	463	657	581	615	538
10	884	819	747	661	854	830	891	725
11	1.028	837	931	787	966	897	1.009	843
12	141	143	69	16	160	148	127	111
13	141	103	63	21	149	130	121	93
14	766	613	668	542	733	658	802	648
15	114	94	20	0	111	98	93	74
16	97	55	28	0	127	104	92	73
17	168	142	102	44	204	167	125	102
18	104	76	15	0	120	83	85	72
19	129	102	41	0	109	68	124	101
20	91	68	24	0	120	86	96	66
21	87	83	13	0	107	69	65	65
22	64	57	16	0	89	60	71	51
23	79	55	24	0	108	72	85	73
24	704	654	737	577	740	637	737	640
25	818	597	758	591	782	658	828	667
26	753	648	720	602	952	804	811	715
27	716	428	681	540	755	656	688	611
28	2.535	2.435	2.353	2.241	2.450	2.405	2.442	2.339
29	979	847	922	801	1033	873	1093	879
30	2.346	2.406	2.354	2.227	2.340	2.300	2.287	2.017
31	548	504	428	335	538	488	526	422
32	464	450	377	293	448	363	467	389
33	251	241	171	99	263	231	238	202
34	230	182	152	101	236	200	225	182
35	184	155	141	62	223	185	184	162
36	220	206	185	121	254	210	263	226

Quadro 13B. Teores de Mg, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	- - - - -mg/dm ³ - - - - -							
1	278	252	288	266	263	280	308	291
2	109	97	98	79	93	90	117	101
3	174	151	172	135	150	152	167	149
4	8	11	2	1	0	0	10	11
5	155	129	153	117	143	139	177	139
6	80	66	73	59	68	64	76	71
7	370	354	358	320	353	345	362	349
8	66	66	63	54	55	51	65	63
9	356	327	363	313	357	344	346	358
10	342	323	323	296	333	350	348	354
11	540	606	531	564	#	#	532	582
12	28	30	25	22	34	33	27	27
13	27	25	21	20	29	28	23	24
14	86	83	77	65	83	71	87	78
15	19	20	8	10	18	16	15	17
16	16	15	11	11	21	19	14	17
17	31	30	25	24	38	34	23	29
18	15	15	6	7	17	17	11	14
19	24	24	17	15	22	20	23	26
20	12	15	7	7	18	15	12	15
21	14	21	8	6	18	12	10	15
22	14	19	13	10	19	16	15	18
23	8	13	5	2	13	11	8	14
24	237	223	249	215	246	250	243	241
25	169	150	174	140	164	134	169	147
26	199	186	210	178	215	218	218	217
27	145	191	147	120	155	123	138	113
28	473	487	442	432	449	480	443	475
29	111	99	106	97	117	106	122	107
30	190	166	189	162	187	162	182	142
31	122	116	108	89	123	124	120	116
32	72	69	65	50	71	67	76	72
33	71	66	60	47	69	68	69	68
34	27	30	21	23	28	29	25	26
35	28	34	25	16	35	34	27	30
36	37	41	36	37	44	47	42	43

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 14B. Teores de Fe, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	150	175	151	161	139	167	160	186
2	142	152	141	132	134	133	148	133
3	141	161	146	149	132	134	149	150
4	141	131	142	104	136	104	144	159
5	159	171	160	156	150	156	171	128
6	188	201	188	174	180	172	194	173
7	204	217	200	204	195	210	213	195
8	206	201	200	173	187	175	199	221
9	187	200	198	186	180	191	180	188
10	203	219	203	206	201	216	219	193
11	215	229	218	220	204	229	214	228
12	209	213	227	201	215	220	221	232
13	158	160	160	134	156	153	154	205
14	96	108	92	99	91	106	92	67
15	180	171	172	153	176	166	180	208
16	181	175	187	157	184	170	186	163
17	141	139	140	120	135	127	137	168
18	181	173	180	150	174	171	179	127
19	204	195	212	180	202	193	209	165
20	162	156	168	133	163	145	163	197
21	168	166	173	141	167	140	166	150
22	144	142	152	120	151	124	146	151
23	174	167	184	140	176	151	177	132
24	172	199	187	190	173	201	174	156
25	117	130	119	116	114	128	120	100
26	157	187	170	182	158	199	#	#
27	125	138	123	122	125	138	122	102
28	162	194	163	174	161	175	#	#
29	62	77	66	73	64	73	#	#
30	218	239	226	225	225	243	#	#
31	126	134	127	119	124	129	130	127
32	104	113	111	103	103	106	114	136
33	154	166	161	141	153	143	#	#
34	151	152	164	137	154	141	162	153
35	208	203	216	186	213	198	214	198
36	173	177	173	158	163	159	171	162

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 15B. Teores de Zn, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	5,9	6,0	6,3	6,7	5,6	6,3	7,0	7,0
2	1,9	1,9	1,9	1,9	1,9	1,7	2,1	1,4
3	4,3	4,4	4,3	4,3	4,0	4,3	4,3	4,0
4	0,4	0,0	0,6	0,1	0,5	0,0	0,5	0,0
5	4,4	4,4	4,2	4,2	4,2	4,4	5,2	4,8
6	3,4	3,3	3,3	3,3	3,1	3,3	3,3	3,2
7	7,8	7,9	7,6	8,2	7,6	8,4	8,2	7,9
8	0,5	0,4	0,7	0,3	0,7	0,0	0,8	0,3
9	3,2	2,8	3,2	2,8	3,1	2,1	3,1	2,7
10	1,3	1,0	1,4	0,8	1,5	0,9	1,4	0,9
11	2,9	2,6	2,9	2,6	2,9	2,8	5,7	5,7
12	0,4	0,0	0,6	0,0	0,8	0,1	0,5	0,2
13	0,5	0,0	0,7	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0
14	1,0	0,4	1,1	0,6	1,0	0,5	1,3	0,7
15	1,2	0,8	1,3	0,8	1,3	0,8	1,3	0,8
16	1,0	0,5	1,2	0,6	1,1	0,6	1,2	0,6
17	0,5	0,0	0,6	0,0	0,7	0,0	0,5	0,0
18	0,6	0,0	1,0	0,2	0,7	0,1	0,7	0,1
19	0,7	0,1	0,8	0,1	0,8	0,1	0,7	0,0
20	0,4	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0	0,4	0,0
21	0,5	0,0	0,6	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0
22	0,5	0,0	0,6	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0
23	0,5	0,0	0,7	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0
24	4,7	4,8	5,1	4,9	4,7	4,8	4,8	4,8
25	4,6	4,9	4,6	4,7	4,1	4,1	#	#
26	2,0	1,7	2,4	2,2	2,1	1,7	2,3	1,8
27	3,7	3,7	3,6	3,5	3,6	3,3	3,4	3,4
28	18,1	17,8	16,6	16,0	18,1	17,4	17,1	16,7
29	3,0	3,2	3,1	3,4	3,0	3,1	3,2	3,2
30	21,7	21,1	20,8	19,3	20,2	19,2	20,4	18,9
31	4,8	5,5	4,9	5,5	6,0	6,8	4,3	4,5
32	4,8	5,1	4,6	4,8	4,4	4,8	4,6	4,7
33	0,6	0,3	0,8	0,3	0,7	0,1	0,7	0,0
34	0,7	0,1	0,9	0,1	0,7	0,0	0,6	0,0
35	1,6	1,2	1,8	1,1	1,6	1,1	1,6	1,2
36	0,9	0,5	0,9	0,3	1,0	0,4	0,9	0,3

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 16B. Teores de Cu, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	0,9	0,4	0,8	0,2	0,9	0,4	0,9	0,0
2	0,7	0,1	0,7	0,2	0,8	0,3	0,8	0,0
3	0,7	0,2	0,8	0,1	0,7	0,2	0,8	0,1
4	1,3	0,5	1,4	0,7	1,4	0,8	1,4	0,6
5	1,5	0,7	1,5	0,8	1,4	1,0	1,7	0,9
6	2,2	1,4	2,5	1,8	2,4	1,9	2,3	1,7
7	1,5	0,8	1,4	0,8	1,5	1,0	1,5	0,9
8	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
9	0,3	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,2	0,0
10	0,3	0,0	0,2	0,0	0,3	0,0	0,2	0,0
11	0,2	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0	0,3	0,0
12	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
13	0,4	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0
14	0,6	0,0	0,6	0,0	0,7	0,0	0,6	0,0
15	0,3	0,0	0,3	0,0	0,4	0,0	0,3	0,0
16	0,1	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0	0,1	0,0
17	0,9	0,1	0,9	0,1	0,9	0,2	0,9	0,1
18	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
19	0,2	0,0	0,2	0,0	0,3	0,0	0,2	0,0
20	0,3	0,0	0,3	0,0	0,4	0,0	0,3	0,0
21	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0
22	0,3	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0
23	0,4	0,0	0,5	0,0	0,5	0,0	0,4	0,0
24	0,7	0,0	0,8	0,0	0,8	0,1	0,8	0,0
25	1,7	1,0	1,9	1,0	1,9	1,3	1,8	1,2
26	0,4	0,0	0,5	0,0	0,6	0,0	0,5	0,0
27	1,5	0,7	1,6	0,8	1,7	0,9	1,5	0,8
28	4,6	3,8	4,6	3,8	5,3	4,5	4,4	3,8
29	0,6	0,0	0,6	0,0	0,7	0,2	0,6	0,0
30	1,6	0,8	1,9	1,1	2,0	1,3	1,7	1,0
31	0,7	0,0	0,8	0,0	0,8	0,3	0,8	0,0
32	1,8	1,0	1,9	1,1	1,9	1,2	1,9	1,2
33	0,9	0,1	1,0	0,2	1,0	0,4	1,0	0,3
34	0,7	0,0	0,8	0,0	0,8	0,1	0,7	0,0
35	0,7	0,0	0,8	0,0	0,8	0,2	0,8	0,0
36	1,3	0,5	1,4	0,5	1,4	0,8	1,3	0,7

Quadro 17B. Teores de Mn, extraídos com Mehlich-3 e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	37	41	36	40	34	40	40	44
2	11	13	11	9	11	9	11	10
3	21	24	22	20	20	21	19	19
4	9	6	9	4	9	3	8	5
5	33	34	32	30	31	30	35	34
6	134	135	126	119	120	119	130	124
7	45	51	41	47	42	47	41	47
8	1	3	3	2	3	2	1	2
9	133	139	132	129	130	133	124	132
10	50	51	49	48	51	52	54	54
11	77	87	74	80	73	82	73	83
12	0	2	2	1	2	1	0	2
13	14	11	13	8	13	9	12	9
14	34	35	31	32	32	34	32	36
15	5	5	6	3	6	4	5	5
16	3	2	4	1	4	2	3	2
17	6	5	7	4	7	5	5	4
18	1	1	2	0	2	1	1	1
19	5	4	6	3	5	3	5	4
20	7	5	8	3	9	5	6	5
21	3	3	4	1	4	2	2	2
22	6	4	7	3	7	3	5	4
23	10	7	10	5	10	6	8	6
24	252	282	263	272	250	278	250	272
25	66	77	67	71	64	68	68	72
26	14	19	18	19	16	19	16	20
27	68	75	63	66	67	71	64	70
28	134	162	124	150	127	148	125	148
29	14	20	16	17	15	18	15	19
30	34	40	35	38	34	38	33	37
31	10	13	10	9	11	11	9	12
32	137	145	139	131	134	143	141	139
33	8	8	9	5	8	7	8	7
34	16	13	17	10	16	11	16	12
35	18	15	19	12	19	14	17	14
36	12	11	12	8	12	9	10	10

Quadro 18B. Teores de Fe, extraídos com DTPA-TEA e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	72	75	72	71	67	62	69	63
2	66	72	73	71	69	62	75	64
3	70	73	70	71	67	63	68	62
4	22	20	23	20	20	17	21	16
5	49	50	53	51	47	44	48	41
6	115	118	111	110	103	103	112	96
7	103	107	100	100	99	91	100	85
8	81	85	82	80	77	69	77	69
9	35	39	33	35	35	33	31	28
10	137	132	139	136	132	121	126	118
11	96	93	93	89	92	82	95	87
12	150	123	140	125	141	116	139	116
13	112	105	110	104	104	89	107	93
14	55	51	52	49	50	45	54	46
15	150	147	156	150	144	127	147	134
16	155	156	165	160	157	133	161	142
17	85	86	88	82	82	73	84	74
18	106	99	111	97	105	86	108	89
19	166	163	170	158	167	135	169	151
20	64	65	68	61	64	61	66	59
21	143	139	135	120	134	123	134	121
22	115	103	103	89	105	89	109	95
23	52	51	54	46	50	43	51	44
24	114	106	110	95	121	103	128	103
25	32	37	32	29	31	30	32	29
26	101	99	108	90	99	92	101	84
27	34	39	35	31	32	31	36	31
28	52	57	54	45	50	47	51	44
29	21	20	20	16	20	17	21	16
30	55	56	59	47	53	46	55	46
31	49	50	50	39	47	40	46	41
32	20	19	21	17	19	16	20	17
33	65	59	67	50	63	52	63	53
34	44	40	48	35	44	33	44	36
35	157	152	156	121	153	118	151	128
36	45	42	49	36	44	34	46	37

Quadro 19B. Teores de Zn, extraídos com DTPA-TEA e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	5,1	5,5			4,3	5,0	4,1	4,1
2	1,0	1,2	1,0	1,2	1,0	1,3	1,0	1,0
3	2,6	2,9	2,6	2,6	2,7	2,8	2,5	2,3
4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
5	3,2	3,3	3,2	3,0	2,9	3,0	2,9	2,7
6	1,4	1,7	1,3	1,5	1,3	1,5	1,4	1,5
7	6,2	6,3	6,1	5,8	6,3	6,8	6,3	6,1
8	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2
9	1,5	1,7	1,4	1,6	1,6	1,8	1,3	1,4
10	0,8	0,9	0,7	0,9	0,8	0,9	0,7	0,8
11	1,9	2,1	1,7	1,8	1,9	2,0	1,9	1,9
12	0,3	0,2	0,3	0,3	0,4	0,5	0,3	0,3
13	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
14	0,4	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,5
15	0,8	0,9	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8	1,0
16	0,6	0,7	0,5	0,6	0,5	0,6	0,7	0,9
17	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1
18	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	#	#
19	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,3
20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
21	0,2	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2
22	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
23	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
24	4,3	4,3	4,2	4,0	4,5	5,0	4,3	4,6
25	3,2	3,2	2,7	2,6	3,2	3,0	3,0	3,0
26	1,5	1,7	1,5	1,6	1,5	1,7	1,7	1,9
27	2,1	2,3	2,1	2,1	1,8	1,9	2,1	2,0
28	10,4	10,8	11,0	10,1	10,3	10,3	10,4	9,6
29	1,2	1,4	1,0	1,1	1,1	1,2	1,1	1,2
30	11,8	10,9	12,2	10,1	11,2	10,1	11,5	10,0
31	3,3	3,3	3,9	3,3	4,2	3,7	3,7	3,3
32	2,5	2,5	2,8	2,7	2,5	2,4	2,6	2,5
33	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2
34	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2
35	0,6	0,7	0,5	0,6	0,6	0,6	0,7	0,7
36	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4

- Dados perdidos devido a contaminação

Quadro 20B. Teores de Cu, extraídos com DTPA-TEA e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	0,9	0,9	0,9	0,9	1,0	0,9	1,0	0,8
2	1,0	1,0	0,9	1,0	1,1	1,0	1,2	1,0
3	0,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,8	1,0	0,8
4	0,9	0,8	0,8	0,8	0,9	0,8	0,9	0,7
5	1,4	1,4	1,3	1,4	1,3	1,3	1,3	1,1
6	2,6	2,9	2,5	2,7	2,7	2,6	2,7	2,5
7	1,4	1,5	1,5	1,6	1,5	1,5	1,6	1,3
8	0,3	0,0	0,3	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
9	0,6	0,4	0,5	0,4	0,6	0,5	0,6	0,4
10	0,6	0,4	0,5	0,4	0,6	0,5	0,7	0,5
11	0,6	0,4	0,5	0,4	0,6	0,5	0,7	0,5
12	0,7	0,5	0,7	0,8	0,9	0,7	1,0	0,9
13	0,6	0,5	0,6	0,6	0,7	0,6	0,7	0,6
14	0,8	0,7	0,8	0,8	0,9	0,7	1,0	0,8
15	0,7	0,5	0,6	0,6	0,8	0,7	0,9	0,7
16	0,5	0,2	0,3	0,2	0,5	0,3	0,6	0,4
17	1,2	1,2	1,2	1,2	1,3	1,1	1,4	1,2
18	0,4	0,1	0,2	0,1	0,3	0,2	0,5	0,3
19	0,5	0,3	0,4	0,3	0,6	0,4	0,6	0,4
20	0,6	0,3	0,5	0,4	0,6	0,4	0,6	0,4
21	0,4	0,1	0,2	0,1	0,4	0,2	0,5	0,3
22	1,0	0,7	0,5	0,5	0,7	0,5	0,8	0,6
23	0,5	0,3	0,4	0,4	0,6	0,4	0,7	0,5
24	0,8	0,7	0,7	0,7	0,9	0,7	1,1	0,9
25	1,3	1,4	1,2	1,3	1,4	1,2	1,5	1,3
26	0,7	0,6	0,7	0,7	0,8	0,6	0,9	0,7
27	1,2	1,2	1,1	1,2	1,2	1,0	1,4	1,1
28	3,7	3,9	3,8	4,0	3,7	3,4	3,7	3,3
29	0,6	0,4	0,4	0,4	0,6	0,4	0,7	0,5
30	2,2	2,3	2,1	2,2	2,0	1,9	2,2	1,9
31	0,9	0,9	0,8	0,8	0,9	0,8	1,0	0,8
32	1,2	1,1	1,3	1,3	1,3	1,1	1,4	1,1
33	1,1	0,9	0,9	1,0	1,1	0,9	1,2	0,9
34	0,8	0,6	0,6	0,6	0,7	0,6	0,8	0,6
35	1,0	0,9	0,9	0,9	1,1	0,9	1,2	1,0
36	1,1	1,0	1,0	1,0	1,1	0,9	1,3	1,0

Quadro 21B. Teores de Mn, extraídos com DTPA-TEA e dosados por ICP-OES e EAA

Solo	Bloco 1		Bloco 2		Bloco 3		Bloco 4	
	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA	ICP	EAA
	-----mg/dm ³ -----							
1	11	13	12	12	10	11	10	10
2	3	4	3	4	4	4	3	4
3	7	8	7	7	7	7	7	7
4	2	2	2	2	2	2	2	2
5	13	15	14	14	12	13	12	12
6	68	74	65	64	59	59	62	60
7	11	15	12	12	11	12	10	10
8	1	1	1	1	1	1	1	1
9	26	30	27	26	26	22	23	23
10	42	45	43	44	41	41	39	39
11	34	37	34	34	34	34	34	35
12	1	1	0	1	1	1	1	1
13	4	4	4	4	4	4	4	4
14	17	18	18	17	18	18	19	18
15	2	3	3	3	3	3	3	3
16	1	1	1	1	1	1	1	1
17	3	3	3	3	3	3	3	3
18	0	1	0	1	1	1	1	1
19	2	3	2	3	3	3	3	3
20	2	3	2	2	2	3	2	3
21	1	1	1	1	1	1	1	1
22	1	2	1	2	2	1	2	2
23	2	3	2	3	2	2	2	2
24	158	173	151	166	164	169	157	168
25	25	28	24	24	23	23	23	22
26	5	6	5	6	5	5	6	5
27	23	26	25	24	20	20	22	22
28	29	37	30	29	24	24	24	24
29	3	4	3	4	4	4	4	4
30	5	3	7	7	4	5	4	4
31	5	5	4	5	4	5	4	4
32	29	28	33	30	29	28	30	29
33	3	4	4	4	4	4	4	4
34	9	8	9	9	9	8	9	9
35	9	9	9	9	9	9	9	9
36	3	4	4	4	4	4	4	4

Quadro 22B. Teores de Fe²⁺ e Zn²⁺, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES

Solo	Fe ²⁺				Zn ²⁺			
	1	2	3	4	1	2	3	4
	----- cmol/dm ³ -----							
1	0,000	0,001	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
2	0,000	0,006	0,002	0,003	0,001	0,003	0,001	0,001
3	0,000	0,005	0,001	0,005	0,001	0,002	0,001	0,001
4	0,000	0,012	0,003	0,006	0,000	0,001	0,000	0,000
5	0,000	0,004	0,000	0,008	0,001	0,002	0,001	0,001
6	0,000	0,001	0,000	0,002	0,001	0,002	0,001	0,001
7	0,000	0,005	0,000	0,006	0,000	0,000	0,000	0,000
8	0,003	0,013	0,008	0,010	0,001	0,001	0,000	0,000
9	0,000	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000
10	0,000	0,003	0,001	0,003	0,000	0,001	0,000	0,000
11	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000	0,000
12	0,020	0,037	0,028	0,031	0,000	0,001	0,000	0,000
13	0,002	0,006	0,005	0,012	0,000	0,001	0,000	0,000
14	0,000	0,005	0,001	0,006	0,000	0,000	0,000	0,000
15	0,001	0,010	0,006	0,013	0,002	0,003	0,002	0,002
16	0,001	0,007	0,007	0,010	0,001	0,002	0,001	0,001
17	0,000	0,034	0,002	0,012	0,000	0,003	0,000	0,000
18	0,002	0,010	0,006	0,009	0,000	0,001	0,000	0,000
19	0,018	0,034	0,024	0,029	0,000	0,001	0,000	0,000
20	0,000	0,009	0,005	0,009	0,000	0,000	0,000	0,000
21	0,005	0,017	0,009	0,014	0,000	0,001	0,000	0,000
22	0,002	0,013	0,007	0,011	0,000	0,001	0,000	0,000
23	0,000	0,003	0,001	0,003	0,000	0,001	0,000	0,000
24	0,000	0,001	0,000	0,000	0,009	0,009	0,008	0,008
25	0,000	0,003	0,000	0,002	0,000	0,001	0,000	0,000
26	0,000	0,004	0,001	0,005	0,000	0,000	0,000	0,000
27	0,000	0,003	0,000	0,002	0,000	0,001	0,000	0,000
28	0,000	0,001	0,000	0,002	0,000	0,000	0,000	0,000
29	0,000	0,003	0,000	0,003	0,000	0,000	0,000	0,000
30	0,000	0,003	0,000	0,004	0,000	0,000	0,000	0,000
31	0,000	0,006	0,002	0,006	0,002	0,003	0,004	0,002
32	0,000	0,001	0,000	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
33	0,000	0,008	0,004	0,005	0,000	0,001	0,000	0,000
34	0,008	0,005	0,002	0,003	0,000	0,001	0,000	0,000
35	0,000	0,003	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001
36	0,000	0,003	0,001	0,001	0,000	0,001	0,000	0,000

Quadro 23B. Teores de Cu²⁺ e Mn²⁺, extraídos com KCl 1,0 mol/L e dosados por ICP-OES

Solo	Cu ²⁺				Mn ²⁺			
	1	2	3	4	1	2	3	4
	----- cmo _c /dm ³ -----							
1	0,000	0,000	0,001	0,001	0,018	0,020	0,018	0,017
2	0,000	0,000	0,001	0,001	0,012	0,017	0,013	0,015
3	0,000	0,000	0,001	0,001	0,022	0,028	0,024	0,025
4	0,000	0,000	0,001	0,001	0,017	0,018	0,018	0,014
5	0,000	0,000	0,001	0,001	0,021	0,042	0,029	0,026
6	0,000	0,000	0,001	0,001	0,075	0,123	0,085	0,070
7	0,000	0,001	0,001	0,001	0,007	0,009	0,007	0,006
8	0,000	0,000	0,001	0,001	0,006	0,008	0,006	0,006
9	0,000	0,000	0,001	0,001	0,020	0,023	0,020	0,020
10	0,000	0,000	0,001	0,001	0,118	0,118	0,100	0,102
11	0,000	0,000	0,001	0,001	0,092	0,095	0,089	0,079
12	0,000	0,001	0,001	0,001	0,003	0,004	0,004	0,003
13	0,000	0,000	0,001	0,001	0,021	0,023	0,022	0,023
14	0,000	0,000	0,001	0,001	0,066	0,067	0,061	0,065
15	0,000	0,000	0,001	0,001	0,011	0,015	0,012	0,012
16	0,000	0,000	0,001	0,001	0,007	0,007	0,007	0,006
17	0,000	0,001	0,001	0,001	0,013	0,049	0,013	0,014
18	0,000	0,000	0,001	0,001	0,005	0,005	0,004	0,004
19	0,000	0,000	0,001	0,001	0,015	0,015	0,012	0,014
20	0,000	0,000	0,001	0,001	0,013	0,016	0,012	0,014
21	0,000	0,000	0,001	0,001	0,008	0,009	0,007	0,008
22	0,000	0,000	0,001	0,001	0,011	0,012	0,010	0,011
23	0,000	0,000	0,001	0,001	0,013	0,015	0,013	0,013
24	0,000	0,000	0,001	0,001	0,478	0,592	0,514	0,546
25	0,000	0,000	0,001	0,001	0,040	0,027	0,032	0,029
26	0,000	0,000	0,001	0,001	0,017	0,018	0,019	0,019
27	0,000	0,000	0,001	0,001	0,016	0,020	0,019	0,021
28	0,000	0,000	0,001	0,001	0,002	0,002	0,001	0,001
29	0,000	0,000	0,001	0,001	0,010	0,011	0,010	0,010
30	0,001	0,000	0,002	0,001	0,003	0,003	0,002	0,002
31	0,000	0,000	0,001	0,001	0,019	0,019	0,019	0,018
32	0,000	0,000	0,001	0,001	0,060	0,078	0,074	0,069
33	0,000	0,000	0,001	0,001	0,020	0,019	0,018	0,018
34	0,000	0,000	0,001	0,001	0,049	0,048	0,046	0,045
35	0,000	0,000	0,001	0,001	0,036	0,039	0,036	0,036
36	0,000	0,000	0,001	0,001	0,017	0,018	0,017	0,016