

# COMPARAÇÃO DA EFICIÊNCIA DOS TRATAMENTOS QUÍMICOS DE DISPERSÃO DE AMOSTRAS DE SOLO PARA ANÁLISE MECÂNICA III — SOLOS HIDROMÓRFICOS \*

O. FREIRE, G. RANZANI, F. FERRAZ DE TOLEDO  
O. A. DE CAMARGO

Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"  
Universidade de S. Paulo — Piracicaba

## INTRODUÇÃO

Desde o advento do método da pipeta em 1922, muito se tem estudado sobre a dispersão da amostra de solo, operação da maior importância para o êxito da análise mecânica.

Os métodos para dispersão da amostra são, de maneira geral, combinações de tratamentos para eliminar o efeito de agentes cimentantes e floculantes com tratamentos para peptizar as partículas coloidais. Os métodos mais acurados, como o Internacional A, às vezes falham quando se trata de dispersar amostras de solos com características peculiares. Além disso, os métodos de aplicação geral são muitas vezes trabalhosos e demorados.

O presente trabalho, visando estudar a dispersão de solos hidromórficos, foi conduzido com as seguintes finalidades específicas: a) avaliar a eficiência de alguns agentes dispersantes; b) determinar a quantidade adequada destes agentes dispersantes; c) verificar a necessidade ou não de pré-tratamento das amostras; d) escolher um método eficiente para a obtenção das dispersões.

(\*) Este trabalho é constituído da terceira parte dos resultados contidos na tese de doutoramento apresentada por O. FREIRE (1963) à Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz": Dispersão de solos: — Estudo comparativo dos tratamentos químicos empregados no preparo das amostras para análise mecânica.

## MATERIAL

## Solo

A amostra que serviu de objeto a este trabalho provém de uma unidade taxionômica largamente distribuída no Município de Piracicaba, identificada por RANZANI et al. (1962) como série Monte Olimpo.

A coleta da amostra foi feita à margem direita da rodovia Piracicaba-Santa Bárbara D'Oeste, no entroncamento com a estrada para o Bairro de Dois Córregos. As características morfológicas do horizonte em aprêço são as seguintes :

Ap 0-15 cm; cinza (10YR 6/1; 10YR 4/1, úmido); mosqueamento de matéria orgânica onde em contato com raízes; argila arenosa; maciço; duro; firme, ligeiramente pegajoso; limite difuso.

Este horizonte apresenta um índice de saturação em bases de 17,8%, pH 4,2, baixo conteúdo de cátions flocculantes, baixo teor de sesquióxido de ferro livre, e alto teor de matéria orgânica.

## MÉTODOS

## 1) Delineamento experimental

Foi conduzido em laboratório, um experimento fatorial  $2 \times 3 \times 3 \times 5$  visando a comparar a eficiência de métodos químicos de dispersão. Os fatores (reagentes) considerados foram aplicados às amostras na seguinte ordem : a) água oxigenada depois da amostragem (**presença ou ausência**); b) ácidos (**ácido clorídrico, ácido oxálico e ausência de ácido**); c) agentes dispersantes (**hidróxido de sódio, mistura dispersante e hexametáfosfato de sódio**); d) quantidade de dispersante (5 doses crescentes), assim distribuídas :

hidróxido de sódio :	— 2,5, 5,0, 7,0, 10,0 e 25,0 ml
mistura dispersante :	— 5,0, 8,0, 12,0, 15,0 e 20,0 ml
hexametáfosfato de sódio :	— 4,0, 7,0, 10,0, 15,0 e 20,0 ml

Durante a realização do experimento, verificou-se a conveniência de ampliar o plano de pesquisa, a fim de comprovar a eficiência de outra modalidade de aplicação da água oxigenada e também a eficiência do método de Puri. Essa ampliação constou de mais 35 tratamentos, dos quais 5 correspondentes a um experimento inteiramente casualizado referente ao método de Puri e os outros 30, a um fatorial  $2 \times 3 \times 5$ . Os tratamentos do fatorial  $2 \times 3 \times 5$  foram : a) ácido clorídrico (**ausência ou presença**); b) dispersantes (**hidróxido de sódio, mistura dispersante e hexametáfosfato de sódio**); c) quantidade de dis-

persante (5 doses crescentes), distribuídas da mesma maneira que no fatorial  $2 \times 3 \times 3 \times 5$ .

Estes tratamentos foram aplicados em amostras obtidas a partir de terra previamente tratada com água oxigenada.

O experimento apresentado nos parágrafos anteriores, foi conduzido inteiramente ao acaso com 4 repetições.

Foram estabelecidos quatro grupos de tratamentos, a saber: grupo 1) — tratamentos correspondentes ao fatorial  $2 \times 3 \times 3 \times 5$ ; grupo 2) — tratamentos referentes ao fatorial  $2 \times 3 \times 5$ ; grupo 3) — tratamentos referentes ao experimento inteiramente casualizado que corresponde ao método de Puri; grupo 4) — este grupo, formado por partes do grupo 1, inclui o emprego da água oxigenada depois da amostragem, sendo destacado apenas para possibilitar a sua comparação com o grupo 2.

## 2) Critério e convenções

O critério usado para a comparação dos tratamentos foi a porcentagem de argila determinada pela análise mecânica conduzida pelo método da pipeta, segundo as indicações de KILMER & ALEXANDER (1949).

Os dados experimentais foram transformados em ângulos (SNEDECOR, 1948) e submetidos à análise estatística de acordo com os esquemas usuais.

Durante a análise, o resíduo foi decomposto para se verificar a sua homogeneidade; não se tendo mostrado homogêneo, recorreu-se a uma redução dos graus de liberdade dos tratamentos e resíduo, conforme as recomendações de BOX (1954).

## RESULTADO E DISCUSSÃO

A aplicação de água oxigenada aumentou as porcentagens médias de argila obtidas pela análise mecânica. Este resultado concorda com as observações de ROBINSON (1922) discorda das de PAULA SOUZA (1960), uma vez que este solo contém menos do que 7% de matéria orgânica.

A destruição de matéria orgânica, quando feita depois da amostragem (grupo 4), proporcionou resultados mais elevados do que no caso em que este tratamento foi anterior à amostragem (grupo 2).

Os resultados do grupo 4 foram também mais homogêneos do que os do grupo 2. Assim sendo, pode-se considerar de pequeno interesse, para este solo, a nova modalidade de aplicar a água oxigenada (grupo 2), uma vez que a finalidade de oxidar a matéria orgânica anteriormente à amostragem era aumentar a homogeneidade dos resultados.

Considerando o efeito dos ácidos, observou-se que, para os

tratamentos do grupo 1, não houve diferença entre ácido clorídrico e ausência de ácido, que foram superiores ao ácido oxálico. Este fato sugere uma exceção às prescrições de STEENKAMP (1927) e às de PURI (1949) para os solos dessa natureza. Entretanto, para o grupo 2, os tratamentos que incluíram ácido clorídrico foram sempre melhores do que os que o não incluíram.

Quanto aos dispersantes, observou-se que a soda foi mais eficiente do que a mistura e do que o hexametáfosfato, o que concorda com a preferência que a maioria dos autores têm por aquele dispersante. Entretanto, o hexametáfosfato, que foi apontado por TYNER (KILMER & ALEXANDER, 1949) como um dispersante que pode ser empregado para uma grande variedade de solos, foi menos eficiente do que a mistura, recomendada por BEALE (1939) particularmente, para os solos ricos em sequeóidos.

Nos tratamentos do grupo 1, observaram-se para os três dispersantes diferenças devidas a doses. As quantidades de soda mais adequadas foram as de 7,0 a 20,0 ml, estando todas acima das quantidades recomendadas por ALARCON (1945), por MEDINA & GROHMANN (1957) e por RANZANI & KIEHL (1959). A dose de mistura recomendada por BEALE (1939), assim como a de hexametáfosfato recomendada por KILMER & ALEXANDER (1949) estão situadas dentro dos limites de doses que proporcionaram os melhores resultados, que, no entanto, foram inferiores aos obtidos com a soda. Nos tratamentos do grupo 2, apenas para o hexametáfosfato se observaram diferenças devidas a doses. Neste caso, as doses mais eficientes foram as de 4,0 e 7,0 ml, um pouco mais baixas do que a recomendada por KILMER & ALEXANDER (1949).

Considerando as interações de primeira ordem (interações água oxigenada x ácidos), observou-se que o melhor pré-tratamento para o grupo 1, foi apenas o com água oxigenada. Quando não foi empregado este oxidante, o pré-tratamento com um dos ácidos favoreceu a dispersão das amostras. Entretanto, para os tratamentos do grupo 2, o ácido clorídrico melhorou sensivelmente a dispersão.

Quanto à interação água oxigenada x dispersantes, verificou-se que a eficiência dos três dispersantes foi melhorada pelo pré-tratamento com o peróxido de hidrogênio. A melhor combinação de tratamentos foi água oxigenada e soda.

Com referência às interações ácidos x dispersantes, tanto para o grupo 1 como para o grupo 2, verificou-se que a soda foi mais eficiente em presença de ácidos. Estes resultados concordam com as observações de OLMSTEAD (KILMER & ALE-

XANDER, 1949). Entretanto, os resultados obtidos com a mistura e com o hexametáfosfato foram também mais elevados em presença de ácidos, o que constitui um contraste com as afirmações de BEALE (1939) e OLMSTEAD (KILMER & ALEXANDER, 1949) e com as de KILMER & ALEXANDER (1949). O tratamento com ácido clorídrico, para o grupo 2, não permitiu assinalar diferenças entre os três dispersantes.

É interessante ressaltar, quanto às interações de segunda ordem, água oxigenada x ácidos x dispersantes, que o Método Internacional A foi um dos mais eficientes, não diferindo, no entanto, da interação água oxigenada x ausência de ácido x soda.

O estudo da correlação e regressão entre porcentagem de argila e miliequivalente de sódio mostrou que, em oito casos, houve significância para a componente quadrática.

Os tratamentos que incluíram a aplicação da soda em amostras tratadas apenas com ácido clorídrico e os tratamentos que incluíram o emprêgo da soda, em amostras que não sofreram nenhum pré-tratamento, mostraram que o máximo de dispersão, em ambos os casos, foi obtido com doses muito superiores às recomendadas por ALARCÓN (1945), por MEDINA & GROHMANN (1957) e por RANZANI & KIEHL (1959).

Os resultados dos tratamentos que incluíram a aplicação de mistura dispersante, em amostras que não sofreram pré-tratamento mostram que o máximo de dispersão seria obtido quando se empregassem 11,3 e.mg de sódio, o que corresponde, aproximadamente, ao dobro da dose recomendada por BEALE (1939).

Verificaram-se as prescrições de KILMER & ALEXANDER (1949), quanto à dose de hexametáfosfato, tanto no caso em que este dispersante foi empregado em ausência de pré-tratamento, como ao ser empregado em presença de água oxigenada aplicada antes da amostragem.

Os resultados do Método de Puri permitiram verificar que o máximo de dispersão foi obtido com a dose máxima de dispersante experimentada. Portanto, as indicações de PURI (1935) de que se deva empregar de 4,0 a 8,0 ml de soda, podem ser substituídas, para o caso da Série Monte Olimpo, pela recomendação de 12,0 ml. A afirmação do autor citado, de que este método seja eficiente para os solos húmicos, não ficou confirmada, uma vez que os métodos que utilizaram a agitação, pro-

cedendo-se à oxidação da matéria orgânica, forneceram resultados mais elevados.

### CONCLUSÕES

Os resultados obtidos, nas condições em que o experimento foi conduzido, permitiram as conclusões apresentadas a seguir: a) a oxidação da matéria orgânica pela água oxigenada favoreceu a dispersão das amostras; b) quando a oxidação da matéria orgânica foi feita posteriormente à amostragem, os resultados foram mais elevados e mais homogêneos do que no caso em que antecedeu à amostragem; c) destruindo-se a matéria orgânica posteriormente à amostragem e não se empregando nenhum ácido, os resultados foram equivalentes aos obtidos com ácido clorídrico e mais elevados do que os obtidos com ácido oxálico; d) entre os pré-tratamentos experimentados, o que incluiu apenas a oxidação da matéria orgânica pela água oxigenada posteriormente à amostragem foi o mais eficiente; e) a soda entre os três dispersantes experimentados revelou-se o mais eficiente; f) a melhor dispersão foi conseguida com a oxidação da matéria orgânica posteriormente à amostragem e peptização com soda, nas doses de 7,0 a 20,0 ml.

### BIBLIOGRAFIA

- ALARCÓN, D. CAYETANO TAMÉS, 1945 — *Métodos físicos y químicos de laboratorio, para el estudio de los suelos y de las tierras de cultivo*, Madrid, Tipografía Artística, XIX, 439 p.
- BEALE, O. W., 1939 — Dispersion of lateritic Soils and the effect of organic matter on mechanical analysis. *Soil Sci.* 48 : 475-479.
- BOX, G. E. P., 1954 — Some theorems of quadratic forms applied in the study of analysis of variance. I — Effect of inequality variance in the an-way classification. *The Annals of Mathematical Statistics* 25 (2): 290-302.
- KILMER, VICTOR J. & LYLE T. ALEXANDER, 1949 — Methods of making mechanical analysis of soils. *Soil Sci.* 68: 15-26.
- MEDINA, HERCULANO P. & FRANCISCO GROHMANN, 1957 — Contribuição ao estudo da análise granulométrica do solo. In Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Salvador, Bahia. Resumo dos trabalhos apresentados ao 6º. Congresso Brasileiro de Solo. (Mimeografado).

- PAULA SOUZA, DEODATO MIGUEL DE, 1960 — Contribuição ao estudo da análise granulométrica em alguns solos do Paraná. Instituto de Biologia e Pesquisas Tecnológicas, Curitiba, Estado do Paraná, Brasil. 12 p. (Notas preliminares e estudos n. 8).
- PURI, A. N., 1935 — The ammonium carbonate method of dispersing soils for mechanical analysis. *Soil Sci.*, 39, (1): 263-271.
- PURI, A. N., 1949 — *Soils: Their physics and chemistry*. New York, Reinhold Publishing Corp. 550 p.
- RANZANI, G. e E. J. KIEHL, 1959 — Prática de Solos — 13a. Cadeira — Agricultura Geral da E.S.A. "Luiz de Queiroz" da U.S.P. — Editado pelo Centro Acadêmico "Luiz de Queiroz", Piracicaba, São Paulo, Brasil, 49 p. (Mimeografado).
- RANZANI, G., T. KINJO e O. FREIRE, 1962 — Solos da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz". Anais da 2a. Reunião Argentina e I Congresso Latino-Americano de Ciência do Solo. Mendoza. Rep. Argentina. (em impressão).
- ROBINSON, G. W., 1922 — Note on the mechanical analysis of humus soils. *Jour. Agr. Sci.*, 12: 287-291.
- SNEDECOR, GEORGE W., 1948 — Métodos de estatística: su aplicación a experimentos en agricultura y biología. (Trad. E. Marino). Buenos Ayres, Acme Agency, Soc. Resp. Ltda. XVIII, 557 p.
- STEENKAMP, J. L., 1927 — The effects of dehydration of soils upon their colloidal constituents: I. *Soil Sci.*, 25: 163-182.