



**República Federativa do Brasil**

*Luiz Inácio Lula da Silva*  
Presidente

**Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA**

*Roberto Rodrigues*  
Ministro

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Embrapa**

**Conselho de Administração**

*Luis Carlos Guedes Pinto*  
Presidente

*Silvio Crestana*  
Diretor-Presidente

*Alexandre Kalil Pires*  
*Ernesto Paterniani*  
*Hélio Tollini*  
*Cláudia Assunção dos Santos Viegas*  
Membros

**Diretoria Executiva da Embrapa**

*Silvio Crestana*  
Diretor-Presidente

*José Geraldo Eugênio de França*  
*Kepler Euclides Filho*  
*Tatiana Deane de Abreu Sá*  
Diretores

**Embrapa Instrumentação Agropecuária**

*Ladislau Martin Neto*  
Chefe Geral

*Carlos Manoel Pedro Vaz*  
Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento

*Maria do Socorro Gonçalves de Souza Monzane*  
Chefe Adjunto de Administração

*Ricardo Yassushi Inamasu*  
Gerente da Área de Comunicação e Negócios



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação Agropecuária  
Ministério da Agricultura e do Abastecimento*

ISSN 1518-7179

Novembro, 2005

## **Documentos 17**

# **Dinâmica e Estabilidade da Matéria Orgânica em Área com Potencial para Seqüestro de Carbono no Solo**

Ladislau Martin Neto

Aline Segnini

Marcelo Luiz Simões

Débora Marcondes Bastos Pereira Milori

Wilson Tadeu Lopes da Silva

Odo Primavesi

São Carlos, SP  
2005

## Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação Agropecuária  
Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 3374 2477  
Fax: (16) 3372 5958  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: sac@cnpdia.embrapa.br

### Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Dr. Carlos Manoel Pedro Vaz  
Secretária-Executiva: Valéria de Fátima Cardoso  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori,  
Dr. João de Mendonça Naime,  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Membro Suplente: Dr. Paulo Sérgio de Paula Herrmann Junior

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto  
Revisor de texto: Dr. Victor Bertucci Neto  
Normalização bibliográfica: Valéria de Fátima Cardoso  
Tratamento de ilustrações: Valentim Monzane  
Capa (foto montagem - imagens de arquivo): Marcelo Luiz Simões  
Editoração eletrônica: Valentim Monzane

### 1ª edição

1ª impressão (2005): tiragem 300

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.  
Embrapa Instrumentação Agropecuária

---

M382d Martin-Neto, Ladislau  
**Dinâmica e Estabilidade da Matéria Orgânica em Área com Potencial para Seqüestro de Carbono no Solo.** / Ladislau Martin-Neto, Aline Segnini, Marcelo Luiz Simões, Débora Marcondes Bastos Pereira Milori, Wilson Tadeu Lopes da Silva, Odo Primavesi. -- São Carlos: Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2005.  
00 p. -- (Embrapa Instrumentação Agropecuária. Documentos, ISSN 1518-7179; 17)

1. Solo Matéria orgânica. 2. Métodos espectroscópicos. 3. Seqüestro de carbono. I. Segnini, A. II. Simões, M. L. III. Milori, D. M. B. P. IV. Silva, W. T. L. da. V. Primavesi, O. VI. Título. VII. Série.

---

CDD 21 ED 631.4

© Embrapa 2005

# **Autores**

## **Ladislau Martin Neto**

Douror, Físico, Embrapa Instrumentação Agropecuária  
C.P. 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP  
martin@cnpdia.embrapa.br

## **Aline Segnini**

Mestre, Química, Embrapa Instrumentação Agropecuária  
C.P. 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP  
aline@cnpdia.embrapa.br

## **Marcelo Luiz Simões**

Doutor, Físico, Embrapa Instrumentação Agropecuária  
C.P. 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP,  
marcelo@cnpdia.embrapa.br

## **Débora Marcondes Bastos Pereira Milori**

Doutora, Física, Embrapa Instrumentação Agropecuária  
C.P. 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP  
debora@cnpdia.embrapa.br

## **Wilson Tadeu Lopes da Silva**

Doutor, Químico, Embrapa Instrumentação Agropecuária  
C.P. 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP  
wilson@cnpdia.embrapa.br

## **Odo Primavesi**

Doutor, Eng. Agrônomo, Embrapa Pecuária Sudeste  
C.P. 339, CEP 13560-970, São Carlos/SP  
odo@cnpse.embrapa.br

# Apresentação

O aumento na concentração dos gases CO<sub>2</sub> (gás carbônico), CH<sub>4</sub> (metano) e N<sub>2</sub>O (óxido nitroso) na atmosfera, associados ao efeito estufa, tem sido apontado como principal responsável pelo acréscimo anual de 0,03 °C na temperatura do planeta. Dois terços da emissão total desses gases são provenientes da queima de combustíveis fósseis e das atividades industriais, sendo o restante atribuído às atividades agrícolas e à mudança no uso do solo. Em todo o mundo, soluções viáveis científica e economicamente têm sido estudadas no intuito de reduzir a emissão desses gases.

A contribuição da agricultura depende do efeito do manejo sobre o conteúdo de matéria orgânica do solo (MOS). O seqüestro de C orgânico pelo solo (via acúmulo de matéria orgânica (MO)) é visto como uma das soluções mais eficazes em curto prazo para o problema do enriquecimento atmosférico com CO<sub>2</sub>.

O Brasil apresenta um grande potencial para o seqüestro de C, devido à sua extensão territorial e aptidão agrícola/florestal, sendo isso uma excelente oportunidade, pois de acordo com o protocolo de Kyoto, são previstos recursos financeiros e transferência de tecnologia para países em desenvolvimento para cada tonelada de CO<sub>2</sub> deixada de ser emitida ou retirada da atmosfera. No entanto, faz-se necessário um melhor entendimento sobre a dinâmica (adições e perdas de C) e a estabilidade (tempo de seqüestro do C) da MO, garantindo ao mesmo tempo a sustentabilidade da produção agrícola e o seqüestro de C.

Desta forma, o presente documento mostra resultados preliminares sobre o comportamento da MOS em solos brasileiros com potencial para seqüestro de C, por meio da avaliação dos estoques de C no solo e do emprego de técnicas espectroscópicas. Além disso, apresenta: informações atuais sobre o andamento do processo de aprovação do protocolo de Kyoto; trabalhos científicos publicados recentemente sobre o tema em questão; informações básicas sobre MOS e seqüestro de C por sistemas de manejo do solo.

Ladislau Martin Neto  
Chefe Geral

# Sumário

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introdução</b> .....   | <b>7</b>  |
| <b>Protocolo de Kyoto</b> .....   | <b>8</b>  |
| <b>Seqüestro de C por sistemas de manejo do solo</b> .....  | <b>8</b>  |
| O plantio direto .....  | 8         |
| Sistema de manejo por pastagens .....   | 9         |
| <b>Estudos sobre a Matéria Orgânica do Solo (MOS)</b> .....   | <b>10</b> |
| Fracionamento físico do solo no estudo da matéria orgânica .....  | 11        |
| Trabalhos científicos recentes sobre seqüestro de C .....   | 12        |
| <b>Técnicas utilizadas: algumas informações</b> .....   | <b>15</b> |
| Determinação da MOS e C .....   | 15        |
| Determinação clássica da MOS pelo método de Walkley-Black .....   | 15        |
| Determinação da MOS por gravimetria .....   | 16        |
| Análise elementar .....   | 16        |
| Carbono Orgânico Total (TOC) .....  | 17        |
| Espectroscopia de fluorescência/Fluorescência Induzida por Laser (FIL)<br>do solo intacto .....   | 17        |
| <b>Resultados experimentais sobre o tema em questão obtidos pelo grupo de<br/>pesquisa da Embrapa Instrumentação Agropecuária</b> ..... | <b>20</b> |
| <b>Conclusões</b> .....   | <b>43</b> |
| <b>Referências bibliográficas</b> .....   | <b>44</b> |

# Dinâmica e Estabilidade da Matéria Orgânica em Área com Potencial para Seqüestro de Carbono no Solo

---

Ladislau Martin Neto

Aline Segnini

Marcelo Luiz Simões

Déborá Marcondes Bastos Pereira Milori

Wilson Tadeu Lopes da Silva

Odo Primavesi

## Introdução

Ao examinarmos principalmente os últimos dez anos, o ciclo do carbono (C) tem sido exaustivamente avaliado por diversos pesquisadores, uma vez que o C, sobretudo na forma de CO<sub>2</sub>, é o elemento chave nos processos que envolvem as mudanças climáticas globais (CERRI et al., 2005).

No que se refere aos fluxos de gases na atmosfera, estudos revelam que as concentrações de CH<sub>4</sub>, N<sub>2</sub>O e, principalmente CO<sub>2</sub>, conhecidos como gases do efeito estufa (GEE), têm aumentado nos últimos 200 anos, e mais significativamente nas últimas décadas, tendo como conseqüência disso a intensificação desse efeito (LAL, 1998). De fato, muitos cientistas acreditam que esse aquecimento global já esteja atuando há algum tempo e seja o responsável pelo aumento de temperatura de aproximadamente dois terços de grau Celsius que ocorre desde 1860 (BAIRD, 2002).

O aumento da emissão desses gases é decorrente não só da queima de combustíveis fósseis pelas indústrias, meios de transporte e máquinas, mas também pelo desmatamento e subsequente queima de biomassa, da oxidação da matéria orgânica dos solos agrícolas manejados de forma convencional, e do uso intensivo de carbonatos. Informações obtidas pelo IPCC - Intergovernmental Panel on Climate Change (2001) evidenciam que somente as práticas agrícolas e as mudanças no uso da terra são responsáveis pela emissão de 34% dos GEE. Uma recente avaliação feita pelo IPCC afirma que a expectativa de aumento da temperatura até o final do século XXI esteja entre 1,4 e 5,8°C (IPCC, 2001). As precipitações pluviais têm se alterado com chuvas mais torrenciais e o fenômeno *El Nino* tem se tornado mais freqüente, persistente e intenso. A partir daí, devemos partir do pressuposto que se não houver nenhuma ação mitigadora, os efeitos da mudança climática serão devastadores, como por exemplo, o aumento na incidência de temporais intercalados por anos de seca prolongada. Assim, a mudança climática global poderá ser o problema ambiental mais crítico e complexo a ser enfrentado pela humanidade ao longo do século XXI (MACHADO, 2005).



## **Protocolo de Kyoto**

Sete anos após ser assinado, o Protocolo de Kyoto (BRASIL, 2002) começou a vigorar a partir de 16 de fevereiro de 2005, envolvendo 141 países que o ratificaram. Seu início foi marcado pela ratificação da Rússia, um dos países responsáveis pelas maiores emissões de gases do planeta. O acordo, cujo objetivo é reduzir entre 2008 e 2012, 5,2% das emissões dos gases causadores do efeito estufa, relativo aos níveis do ano de 1990, deixa de fora o maior poluidor do planeta, os Estados Unidos, já que, alegando fragilidade econômica, não foram a favor da participação no Protocolo. O Mecanismo de Desenvolvimento Limpo (MDL) foi uma solução possível para que, países em desenvolvimento como o Brasil, também participassem das reduções nas emissões, obtendo “créditos de carbono” (NOGUEIRA e LOPES, 2005). Criado com base em uma proposta brasileira durante a Conferência de Kyoto, em 1997, o MDL prevê investimentos dos países com metas a cumprir na reformulação do modelo energético das nações pobres, para a obtenção desses créditos.

## **Seqüestro de C por sistemas de manejo do solo**

### ***O plantio direto***

A agricultura pode contribuir para a emissão ou o seqüestro de C, dependendo do efeito de manejo adotado. Entre os sistemas de manejo, destacam-se as práticas conservacionistas, como o plantio direto (PD), onde o solo não é revolvido, fazendo com que haja uma diminuição na mineralização da matéria orgânica do solo (MOS). Este tipo de manejo prioriza a manutenção e o aumento dos estoques de C (EC) no solo (PILLON et al., 2001).

O Brasil apresenta atualmente uma área de 22 milhões de hectares sob o sistema de PD (aproximadamente 30% de sua área cultivada com grãos) (Federação Brasileira de Plantio Direto na Palha, 2005). Estimativas realizadas por vários pesquisadores brasileiros evidenciam que os solos sob PD em clima tropical e subtropical podem seqüestrar em média 0,5 a 0,6 toneladas de C ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> (Federação Brasileira de Plantio Direto na Palha, 2005). Ilustrações dos plantios convencional e direto estão esquematizados nas Fig. 1 e 2, respectivamente.



**Fig. 1.** Exemplos de Plantio Convencional (PC); Em A, tratores fazendo a aragem do solo e em B, a compactação presente no solo ocasionada sob manejo convencional.



**Fig. 2.** Exemplos de Sistemas de Plantio Direto. Detalhe para a preservação da cobertura vegetal

Bayer et al. (2002) avaliaram a MOS em um experimento de longa duração sob PD e Plantio Convencional (PC) a partir de técnicas espectroscópicas. Ácidos Húmicos (AH) extraídos de solos sob PD apresentaram menores graus de humificação e menores concentrações de radicais livres do tipo semiquinona, se comparado com os resultados do PC. Essas diferenças observadas aumentaram do quinto para o nono ano do experimento, demonstrando a continuidade do processo de humificação. As técnicas espectroscópicas de Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) e Fluorescência foram satisfatórias no estudo dos efeitos das mudanças do solo.

### **Sistema de manejo por pastagens**

A integração lavoura-pecuária pode apresentar uma outra forma viável de seqüestrar C pelo solo. Nos últimos anos, muitas pesquisas voltaram-se para entender o papel da produção agrícola e das pastagens sobre a dinâmica do C no solo. Áreas sob pastagens de gramíneas, principalmente do gênero *Brachiaria*, ocupam mais de 8 milhões de hectares no Brasil, representando aproximadamente 70% de nossas pastagens, quase 10% do território nacional. Estudos anteriores (REZENDE et al., 1999) verificaram que as pastagens apresentam um grande potencial para retirar CO<sub>2</sub> da atmosfera e enriquecer o solo com MO, enriquecimento este que pode se aproximar, ou às vezes, até ultrapassar, os níveis observados no solo sob vegetação nativa. Também mostraram que após 10 anos de derrubada da mata nativa e da instalação das pastagens cultivadas de *Brachiaria*, o estoque de MOS foi reposto pela forrageira e tendeu a aumentar, por meio da decomposição de seus resíduos aéreos e raízes, acumulando grande quantidade de C. Qualquer mudança no EC provocada por introdução dessas espécies de gramíneas proporciona um enorme impacto no balanço de gases de efeito estufa (BODDEY et al., 2001).

Nas áreas de pastagem em rotação com a lavoura, normalmente a fertilidade do solo é recuperada com os ciclos de agricultura. Com o passar dos anos, há perda e extração de nutrientes do solo, podendo haver a degradação da pastagem, cujo principal sintoma é o seu amarelecimento. A adubação de manutenção, principalmente a nitrogenada, evita a degradação, sendo que a

quantidade empregada a cada ano irá depender do tipo de solo, da espécie da forrageira e da expectativa de produção. Nesse manejo, é oferecido ao animal alta disponibilidade de forragem e, na medida em que o resíduo da pastagem mantém-se elevado, o ambiente é preservado, pois permanece coberto por uma camada espessa de pasto e material morto, retendo mais umidade e diminuindo os riscos de erosão. Além disso, solos sob pastagens consorciadas com leguminosas forrageiras na acumulação de MOS são abastecidos com grandes quantidades de resíduos, e o N certamente existirá em quantidades suficientes para aumentar a MOS. Esta cobertura é fundamental para os ciclos de agricultura, ao manter o solo coberto para a semeadura de culturas no PD.

### **Estudos sobre a Matéria Orgânica do Solo (MOS)**

Dick et al. (2005) caracterizaram e quantificaram, por Espectroscopia por Ressonância Magnética Nuclear (RMN) e RPE, a MOS de seis solos brasileiros, com a finalidade de entender as interações organo-minerais na dinâmica da MOS. Utilizaram o tratamento com ácido fluorídrico (HF) devido à quantidade de íons paramagnéticos, como  $Fe^{3+}$  e  $Mn^{2+}$ , presentes nestas amostras de Latossolos. A MOS analisada apresentou grau de decomposição média contendo estruturas de baixa recalcitrância química para a estabilização desse material, principalmente através das interações superficiais com óxidos de Fe e caulinita.

Leifeld e Kogel-Knabner (2005), com a finalidade de observar o seqüestro de C pelo solo, identificaram as frações da MOS que respondiam mais rapidamente às mudanças de manejo. Utilizando fracionamento físico por tamanho e por densidade, fizeram caracterizações da MOS por RMN de  $^{13}C$  e concluíram que as frações livres e leves oclusas não são apropriadas para indicar tais mudanças. Entretanto, a MOS total, distribuída de acordo com a profundidade, e a MOS presente em agregados estáveis de tamanho  $> 20 \mu m$  é mais sensível a essas caracterizações.

González-Pérez et al. (2004) analisaram ácidos húmicos (AH) extraídos de Oxisols com técnicas espectroscópicas como RMN, RPE, Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e fluorescência para identificar mudanças nos grupos funcionais e estruturais, em função dos sistemas de cultivo após cinco anos de experimento. Os resultados obtidos por RMN e RPE mostraram poucas diferenças na composição química dos AH de solos onde houve maior incorporação de resíduos vegetais, mostrando que a MOS determinada nestes casos apresenta menos quantidade de grupos aromáticos. As intensidades de fluorescência concordaram com a porcentagem de carbonos aromáticos, determinados por RMN ( $r = 0,97 P < 0,01$ ) e com o conteúdo de semiquinona, determinado por RPE ( $r = 0,97 P < 0,01$ ). Nenhum efeito importante, devido ao sistema de manejo, foi observado nessas áreas após cinco anos de cultivo. Provavelmente, o solo em questão possui alto teor de argila que oferece proteção ao complexo argila-Fe-MO contra alterações estruturais mais pronunciadas.

Kleber et al. (2004) avaliaram o efeito da reatividade da superfície

mineral dos solos na composição da MO investigando as principais mudanças observadas nas frações de argila após certo período sem a adição de fertilizantes. Simultaneamente, foi realizada a caracterização das superfícies minerais. Os constituintes orgânicos do solo foram determinados por Espectroscopia de RMN, utilizando polarização cruzada com amplitude variável (RMN de  $^{13}\text{C}$  - VACP/MAS). Com o tempo, os C de grupos alquila e C aromáticos responderam à carência de fertilizantes, mas foram indiferentes à reatividade mineral.

### **Fracionamento físico do solo no estudo da MOS**

Os estudos da dinâmica da MOS introduzem o conceito de compartimentos que são protegidos da decomposição em sistemas naturais e desprotegidos sob revolvimento do solo. Essa perda de estabilidade afeta todos os compartimentos da MOS, cuja magnitude depende dos mecanismos de estabilização inerentes a cada fração (PILLON, 2000; CHRISTENSEN, 1992).

Com a utilização de técnicas de fracionamento físico da MOS, é possível classificar e quantificar os EC e melhor conhecer sua dinâmica no solo. Geralmente, a fração presente em maior quantidade corresponde a MO associada aos minerais do solo, que devido à sua composição química e formas de proteção, constitui-se na fração mais estável, não lábil e menos dependente das práticas de manejo. Outra fração, correspondente à da MOS particulada, é a porção lábil e mais instável, que embora ocorra em menor quantidade é extremamente afetada pelas práticas de manejo, podendo por essa razão, ser utilizada como indicador da qualidade do solo (SALTON, 2005).

Os métodos físicos de análise para o estudo de solos estão sendo ultimamente bastante utilizados, já que são considerados menos destrutivos e mais relacionados com a função e estrutura da MOS *in situ*, do que os métodos químicos (CHRISTENSEN, 1992; ROSCOE e MACHADO, 2002). Alguns motivos da adoção desses métodos em laboratórios foram, dentre outros, a pouca contribuição dos métodos de fracionamento químicos para a identificação de compartimentos da MOS.

Existem diferentes tipos de métodos físicos de fracionamento: por peneiramento, sedimentação ou tamanho e densimetria. A separação por peneiramento é usada para partículas com diâmetro  $> 53 \mu\text{m}$ ; a separação por sedimentação é baseada no diâmetro esférico equivalente das partículas (lei de Stokes) (TANNER e JACKSON, 1947), que podem variar em tamanho, forma e densidade, e é usada para partículas  $< 53 \mu\text{m}$ . Para partículas  $< 2 \mu\text{m}$ , técnicas de sonicação têm sido utilizadas.

O fracionamento físico por tamanho é baseado na separação de frações da MO que são associadas a constituintes minerais com diferentes tamanhos de partículas. Neste caso, é necessário uma máxima dispersão dos agregados do solo, em ultra-som, com mínima alteração da amostra. As frações obtidas representam a MO associada às partículas minerais primárias: areia (ou MO grosseira) com tamanho de partículas  $> 53 \mu\text{m}$ ; silte, que pode ser dividido em duas frações, silte I e silte II e apresentar tamanho de partículas da ordem de

2-20  $\mu\text{m}$  e 20-53  $\mu\text{m}$ , respectivamente; e argila, sendo a fração de menor tamanho da MO, com tamanho  $< 2 \mu\text{m}$ . Para o cálculo do tempo de sedimentação foi utilizada a Lei de Stokes (TANNER e JACKSON, 1947), sendo a densidade de partículas para solos com menos de 20% de MO com valor próximo de  $2,65 \text{ g cm}^{-3}$ , e para solos com mais de 20 % de MO, a densidade é aproximadamente  $2,36 \text{ g cm}^{-3}$  (CHRISTENSEN, 1992).

O método densimétrico baseia-se na diferença de densidade entre a fração orgânica e a mineral. A densidade dos minerais do solo geralmente excede  $2 \text{ g cm}^{-3}$ , enquanto a de compostos orgânicos é inferior a  $1,5 \text{ g cm}^{-3}$  (GREGORICH e ELLERT, 1993). Durante a humificação, parte da MOS associa-se fortemente às partículas minerais do solo, acumulando-se em frações de maior densidade. A flotação em líquidos, com alta gravidade específica, permite, portanto, a separação da MOS em frações com densidades mais baixas e mais altas que a da solução utilizada (ROSCOE e MACHADO, 2002). Em suma, a separação física por densidade tem sido utilizada em estudos da MOS com duas finalidades principais: separar a fração leve (ou MO livre) das associações organo-minerais no solo (MO pesada). A MO leve consiste de resíduos de plantas parcialmente decompostos e seus produtos de decomposição parcial, porém restos de animais também podem fazer parte.

A dispersão dos agregados do solo por ultra-som é de extrema importância, para que a separação dos diferentes agregados seja completa. O princípio do ultra-som consiste no processo de cavitação, que envolve três etapas: nucleação (formação de bolhas), crescimento e implosão. Esse processo gera aquecimento da amostra, podendo afetar a sua composição química e a intensidade da dispersão. Geralmente, cubos de gelo são colocados ao redor do recipiente que contém a amostra para reduzir o aquecimento.

O tempo e a potência utilizados devem ser bem conhecidos, e para isso, é necessário fazer uma calibração do aparelho previamente às análises. A energia de dispersão ( $E = C \times T \times V$ ), onde E é a energia em Joules, é calculada através do valor da capacidade calorífica da água,  $C [= 4,183 \text{ J (mL } ^\circ\text{C}^{-1})]$  e o volume da água. Para o cálculo da Potência (P) em Watts ou  $\text{J mL}^{-1}$ , consideramos a razão do valor da energia de dispersão (E) com o tempo de sonificação (T). O iodeto de sódio (NaI) é um sal inorgânico de densidade  $2,65 \text{ g cm}^{-3}$ , que pode ser utilizado como meio de separação das frações no fracionamento físico por densidade (CHRISTENSEN, 1992).

### **Trabalhos científicos recentes sobre seqüestro de C**

Desde 1997, com a Conferência de Kyoto (BRASIL, 2002), encontramos na literatura muitos trabalhos discutindo a importância das Mudanças Climáticas Globais e o seqüestro de C. Abaixo estão apresentados trabalhos publicados sobre o tema em questão nos últimos três anos.

Machado (2005) demonstrou em seu trabalho, o papel do C do solo na mitigação da mudança climática global, enfatizando as vantagens do PD no aumento do seqüestro de C no solo e a necessidade de métodos alternativos para a quantificação *in situ* e em tempo real dos EC nos solos. Dentre as

técnicas para determinação do teor de C total em solos estão a espectroscopia de reflectância difusa de infravermelho médio (MIMMO et al., 2002) e a fotoluminescência (MILORI et al., 2005).

Puget e Lal (2005) observaram os efeitos que os diferentes sistemas de manejo podem afetar o seqüestro de C do solo, determinando os EC e de N através de diferentes profundidades e comparando com dados da literatura. Concluíram que as diferenças determinadas em PC e PD não foram tão efetivas, principalmente devido a pouca duração do experimento, oito anos. Entretanto, um aumento na concentração de C sob PD na profundidade de 0-5 cm foi determinado, com uma média de seqüestro de 330 kg de C ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> com intervalo de confiança de 95% a partir de 47 a 620 kg de C ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>.

Jarecki e Lal (2005) mostraram a eficiência do PD em reduzir a perda da MOS em experimentos de longa duração, estimando a perda de C a partir da profundidade de 0-30 cm. Essa diminuição de C ocasionada pela mudança da paisagem natural para um sistema de manejo foi menor em solos argilosos (19 a 25%) que em solos siltosos (25 a 35%). Não houve diferença de seqüestro de C pelo solo em PD, nos solos argilosos.

Parcerias entre os Estados Unidos e Brasil, através de McCart e De-Polli (2005) estão avaliando a importância do PD em manter o C no solo. Esse estudo está sendo avaliado em um experimento conduzido há 10 anos, comparando esse sistema conservacionista com o sistema convencional de cultivo.

Bolonhezi et al. (2005) mediram o fluxo de CO<sub>2</sub> evoluído ao longo do ciclo de desenvolvimento de dois cultivares de amendoim, em diferentes sistemas de cultivo para renovação da pastagem. Concluíram que o PC emitiu cerca de duas vezes mais CO<sub>2</sub> que os sistemas conservacionistas, o PD e o cultivo mínimo (CM), mesmo após um período crítico de deficiência hídrica.

Sisti et al. (2004) investigaram mudanças nos estoques de C e N no solo em até 1 metro de profundidade em resposta a diferentes rotações e tratamentos de cultivo. Após treze anos de experimento, não observaram diferença significativa entre PD e PC. Entretanto, sistemas de rotações onde ocorriam fixações de N aumentaram seus EC em aproximadamente 10 Mg ha<sup>-1</sup>, atingindo 17 Mg ha<sup>-1</sup> em até 1 m. Dados de RMN de <sup>13</sup>C também indicaram que, sob PD, a decomposição de MOS original não foi afetada por diferentes rotações, mas que sob manejo convencional, sim.

Cerri et al. (2004) compararam o balanço das emissões de CO<sub>2</sub> a partir do setor agrícola e o seqüestro de C pelo solo no Brasil, quantificando esse efeito do balanço de C na introdução de dois sistemas de manejo: PD e PC. Estimativas indicaram que as emissões atingiram 12,65 Mt C no período de 1975 a 1995. Entretanto, as principais mudanças observadas em função do tipo de manejo e da colheita da cana-de-açúcar mecanizada ao invés da colheita com queima de palha podem contribuir juntos para a mitigação total de 9,53 Mt C ano<sup>-1</sup>. Deste total, 9 Mt C ano<sup>-1</sup> está relacionado à adoção do PD e 0,53 Mt C ano<sup>-1</sup> é devido à introdução da colheita da cana-de-açúcar sem a queima. A implementação dessas duas práticas é quase suficiente para compensar as emissões de gases do solo de 12,65 Mt C ano<sup>-1</sup>.

Flores (2004) avaliou diferentes alturas de pastejo de aveia + azevém, em sistema integrado com soja em PD. Após o final do ciclo de pastejo, em novembro de 2002, a quantidade total de biomassa existente era de 1,85 Mg ha<sup>-1</sup>; 5,4 Mg ha<sup>-1</sup> e 6,05 Mg ha<sup>-1</sup>, respectivamente para as alturas de 10 cm, 40 cm e sem pastejo. Tais diferenças, contudo, não foram determinantes em promover alterações significativas no teor de C no solo após a colheita da soja (maio de 2003), até a profundidade de 25 cm. Nesta situação, é importante considerar o tempo necessário para a ocorrência de alterações significativas e o aporte de C via dejetos dos animais, que é inversamente proporcional à altura de pastejo.

Campos et al. (2004) estudaram as mudanças nas frações de C no solo após a adição da cana-de-açúcar em pastagem de *Brachiaria*, de vinte e dois anos. Para estimar os índices de decomposição de cada fração de C do solo a partir da vegetação original, foi aplicado um modelo exponencial simples baseado em  $C_t = C_0 \times e^{-kt}$ , onde  $C_t$  representava a quantidade de C após  $t$  anos,  $C_0$  a quantidade de C original e a constante de decomposição exponencial  $k$ . A introdução de cana-de-açúcar nessa área de pastagem de *Brachiaria* aumentou o índice de decomposição do C do solo, principalmente na fração leve livre e na MOS associada com areia e argila. Nenhuma das frações de MOS mostraram meias-vidas tão longas quanto às que foram obtidas pelo fracionamento químico.

Sperow et al. (2003) usaram uma versão modificada do método do IPCC juntamente com o NRI (National Resources Inventory) para calcular o EC no solo, e com isso quantificar o potencial de seqüestro de C nos solos cultivados dos Estados Unidos. Os resultados representam potenciais que não evidenciam a viabilidade econômica das mudanças propostas pela agricultura, mas podem indicar um potencial biofísico de seqüestro de C pelo solo. A adoção do PD em uma área de 129 M ha aumentaria o seqüestro de C pelo solo para 47 Tg C ano<sup>-1</sup>. Todos os índices foram estimados para um período de 15 anos, sendo que poderiam diminuir substancialmente após longos períodos. Portanto, para o propósito do Protocolo de Kyoto (BRASIL, 2002), com esses resultados podemos estimar que o seqüestro de C pelo solo poderia ser significativo, mas não predominante, nas mitigações dos gases do efeito estufa.

Deen e Katakai (2003), comparando sistemas de cultivo sob PD e PC, mostraram que as diferenças de C são influenciadas pelo manejo, sendo mais notório em experimentos de longa duração. Eles analisaram o C orgânico presente em amostras de solo após vinte e cinco anos de cultivo. Cinco diferentes sistemas de cultivo foram comparados, observando que as profundidades e os tipos de cultivo podem influenciar na concentração de C no solo.

Fisher et al. (1994) estimaram que o EC até uma profundidade de 80 cm no perfil de um solo sob pastagem de *Brachiaria humidicola*, de nove anos de idade, era 26 t C ha<sup>-1</sup> maior que o EC no solo sob vegetação nativa em Carimagua, nos Llanos Orientales da Colômbia.



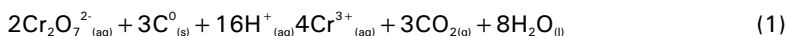
## Técnicas utilizadas: algumas informações

### ***Determinação da MOS e C***

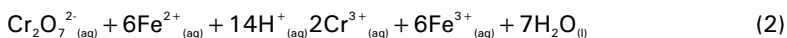
Diversos métodos têm sido utilizados para a determinação do teor de MOS. Porém, há uma carência de informações consistentes quanto à definição e recomendação do método mais adequado para a obtenção de resultados confiáveis e satisfatórios, principalmente para a análise de solos com elevados teores de MO (CONCEIÇÃO et al. 1999).

### ***Determinação clássica da MOS pelo método de Walkley-Black***

Um método clássico para determinação de MOS e ainda o mais empregado em laboratórios de solos, devido a sua simplicidade e baixo custo, é o método de Walkley-Black (WALKLEY e BLACK, 1934). Essa técnica, adaptada por Jackson (1982), se baseia na oxidação do C orgânico do solo por íons dicromato, em meio fortemente ácido. Em amostras que requeiram maior precisão, a determinação da quantidade de íons  $\text{Cr}^{3+}$  reduzidos é feita indiretamente, por titulação dos íons dicromato em excesso com íons  $\text{Fe}^{2+}$ . Alternativamente, pode-se determinar diretamente a quantidade de íons  $\text{Cr}^{3+}$  por colorimetria, medindo-se a intensidade da cor esverdeada produzida por esses íons em solução. A determinação por colorimetria, normalmente usada em rotina, requer a montagem de uma curva-padrão de calibração. Nos dois casos, a oxidação da MO dá-se pela reação:



Na reação acima (Equação 1), considera-se o dicromato reduzido equivalente ao C orgânico existente na amostra de solo, e o excesso de dicromato é titulado com íons  $\text{Fe}^{2+}$  obtidos a partir de uma solução padronizada de sulfato ferroso amoniacal.



A quantidade de C orgânico é obtida pela diferença entre a quantidade de  $\text{Fe}^{2+}$  gasto na titulação, quando o  $\text{Cr}^{4+}$  foi adicionado, e àquela gasta na titulação do dicromato que restou após a oxidação do C da amostra, assumindo que todo o C da MO está no estado de oxidação zero (Equação 2) (CANTARELLA et al., 2001). A fórmula comumente empregada na determinação de C é:  $\text{MOS (g Kg}^{-1}\text{)} = 1,724 \times \text{C}$ , sendo (1,724) o fator de van Bemmelen, face ao conceito de que o teor de C da MOS é igual a 58%. Entretanto, esta é somente uma estimativa, já que este fator varia conforme determinadas características do solo (CONCEIÇÃO et al., 1999).



### **Determinação da MOS por gravimetria**

Os métodos gravimétricos e termogravimétricos são outros métodos que também podem ser utilizados na análise de MOS. Baseiam-se na perda de massa do solo por incineração e aquecimento (BALL, 1964; BELTRÁN et al., 1988; MIYAZAWA et al., 2000). Podem ser utilizados rotineiramente em determinações de C em solos. Esta técnica era bastante empregada antes do método de Walkley-Black (WALKLEY e BLACK, 1934), porém foi praticamente abandonada devido à baixa velocidade analítica e dificuldade de automação nos laboratórios. Quando comparado com o método de Walkley-Black mostra-se mais vantajoso já que não contamina o ambiente com metal tóxico ( $Cr^{6+}$ ) e não oferece riscos aos analistas com o uso de ácido sulfúrico concentrado.

### **Análise elementar**

Grande parte das características de uma amostra de MOS são obtidas a partir de sua composição elementar. Os primeiros experimentos para determinação da composição elementar das substâncias húmicas (SH) foram realizados por Sprengel e Berzelius entre os anos de 1826 e 1845 (STEVENSON, 1994). Segundo eles, as SH eram constituídas essencialmente por C, hidrogênio (H), nitrogênio (N) e oxigênio (O), sendo C e O os elementos mais abundantes.

Os métodos para determinação desses elementos são muito variados, dentre eles os métodos químicos. Assim, C e H podem ser determinados por combustão completa a seco, N pelos métodos de Dumas ou de Kjeldahl, O por pirólise redutiva e enxofre (S) por combustão (HUFFMAN e STUBER, 1985). Entretanto, a utilização de analisadores elementares automáticos trouxe avanços consideráveis nesse sentido, permitindo análises rápidas e confiáveis (JIMENEZ e LADHA, 1993). Os analisadores elementares atuais são baseados na oxidação da amostra em alta temperatura (1000 °C), após os gases resultantes são separados por uma coluna cromatográfica e detectados, geralmente, por condutividade térmica (SkOOG et al., 2002). Analisa simultaneamente C, H, N e S presentes em amostras orgânicas ou inorgânicas, podendo elas estar na forma líquida, gasosa ou sólida. O princípio da operação é baseado em três passos seqüenciais: a amostra, mantida em cápsula de estanho, é oxidada produzindo uma mistura de gases que são separados em uma coluna cromatográfica por combustão, através de um detector de termocondutividade (TCD), gerando um sinal elétrico proporcional à quantidade do gás eluente. Com o analisador elementar, detectamos, na seqüência  $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$  e  $SO_2$  na forma de gases, podendo ser convertidos em %N, %C, %H e %S. A determinação do elemento oxigênio (O) pode, neste caso ser calculado por diferença:

$$\%O = [(100-(\%C + \%N + \%H + \%S)] \quad (3)$$

As matérias orgânicas do solo com maiores quantidades de C e

menores quantidades de O são ditas como mais humificadas. Através desta técnica podemos calcular os EC em solos intactos e fracionados e também determinar a razão carbono/nitrogênio (C/N), pela qual estabelece-se, além do grau de humificação, a disponibilidade do nitrogênio para as plantas e microorganismos. É uma técnica que facilita a caracterização de uma substância, não só pela rapidez, como pelas informações que podem ser obtidas. Porém, no que diz respeito à análise de solos, essa técnica pode não ser tão vantajosa, já que essas amostras são muito heterogêneas. Para a análise utiliza-se uma massa de 1 mg, não apresentando reprodutibilidade e podendo obter um alto desvio padrão na média das réplicas avaliadas.

### ***Carbono Orgânico Total (TOC)***

Com essa técnica podemos determinar em amostras sólidas, tanto o C total quanto o inorgânico. Por diferença do C total e inorgânico, calcula-se o valor do C orgânico das amostras. O C total é determinado pela oxidação do C orgânico e inorgânico da amostra a CO<sub>2</sub>, devido ao aumento da temperatura a 900°C. Para a determinação do C inorgânico é necessário acidificar o meio, com ácido fosfórico, e posteriormente, aquecer a amostra a 200°C, o que leva à liberação de CO<sub>2</sub> proveniente do C inorgânico. Essa análise possui algumas vantagens e, principalmente por sua rapidez nas medidas, é altamente reprodutível e facilmente automatizada. É também possível, por essa técnica, determinar C orgânico em amostras líquidas.

### ***Espectroscopia de fluorescência/Fluorescência Induzida por Laser (FIL) do solo intacto***

Luminescência é a propriedade que inúmeras substâncias têm de emitir luz sob o efeito de uma excitação que pode ser mecânica (triboluminescência), térmica (termoluminescência ou crioluminescência), elétrica (eletroluminescência), química (quimioluminescência), biológica (bioluminescência), ou ainda luminosa, causada por radiação ultravioleta ou na região do visível (fotoluminescência). Sendo fluorescência se o fenômeno for instantâneo e fosforescência se ocorrer um lapso de tempo entre a excitação e a emissão (NOVOTNY, 2002). Portanto, na fluorescência a radiação emitida cessa imediatamente após a radiação de excitação ser extinta (cerca de 10<sup>-8</sup> s) e na fosforescência, a emissão espontânea pode persistir desde segundos ou frações de segundos até horas (ATKINS, 1998).

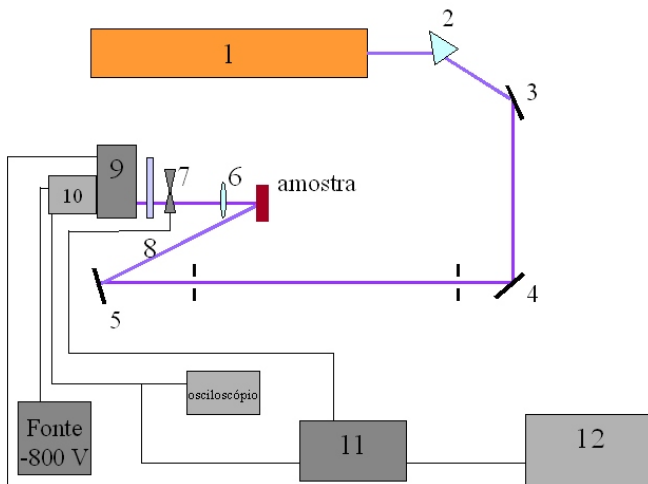
O fenômeno de fluorescência é o decaimento radioativo resultante do retorno de um elétron excitado para seu estado fundamental, logo há a necessidade de que a molécula de interesse esteja no estado excitado. Transições típicas deste tipo envolvem a promoção de elétrons não ligantes ou ligantes para orbitais antiligantes. Estes processos são altamente prováveis em sistemas moleculares contendo átomos com pares de elétrons não compartilhados, tais como oxigênio e nitrogênio, e em estruturas aromáticas e/ou sistemas alifáticos conjugados de insaturações com alto grau de

ressonância, isto é, deslocalização eletrônica, como é o caso das SH (SENESI et al., 1991). Trabalhos de Zsolnay et al. (1999), Kalbitz et al. (1999) e Milori et al. (2002) mostram a avaliação do grau de humificação de SH utilizando técnicas de fluorescência. Essas técnicas, quando aplicadas para este fim, têm vantagens sobre RPE e RMN por serem mais sensíveis, simples e de baixo custo, além do mais, é possível a construção de modelos portáteis tornando-se uma técnica potencial para aplicação em campo (EMBRAPA, 2004).

Somente dados do acúmulo de C no solo são limitados para caracterizar uma situação de seqüestro de C. A estabilidade deste C no solo é também extremamente relevante, pois caso o C esteja em estruturas lábeis, será facilmente mineralizado, retornando para a atmosfera na forma de CO<sub>2</sub>. E é dentro deste contexto que os métodos espectroscópicos, como a Fluorescência Induzida por Laser (FIL) são fundamentais na avaliação da estabilidade da MOS. A aplicação da FIL no estudo da MOS está se mostrando bastante promissora, já que esta propriedade óptica permite medir o teor e a estabilidade do C no solo, a partir da avaliação do grau de humificação da MO. Fazendo uma comparação da técnica de FIL com a fluorescência aquosa das SH, citadas acima, observa-se que a primeira não exige o fracionamento químico ou físico do solo, tornando o processo de análise mais rápido e, com a vantagem de se trabalhar com as amostras de solo *in natura*, ou seja, próximo das condições reais (MILORI et al., 2004; MILORI et al., 2005).

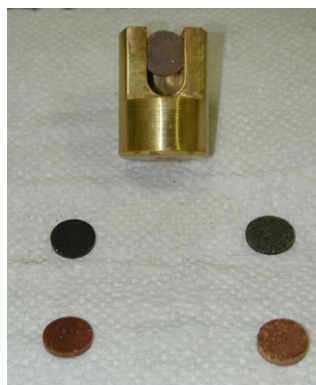
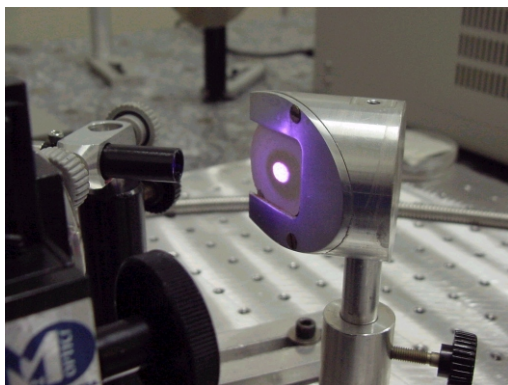
Análises preliminares de fotoluminescência em amostras de solo intacto, utilizando como fonte um laser de criptônio, emitem fluorescência na região de 400 a 700 nm, quando excitadas em 350 nm (MILORI et al., 2004). A oxidação da MOS com peróxido de hidrogênio ou calcinação levou ao desaparecimento da banda de emissão, sugerindo que é oriunda da MOS humificada. Resultados como os de Bayer et al. (2002), têm permitido diferenciar sistemas de manejo e culturas quanto à estabilidade da MOS, através da utilização da fotoluminescência em conjunto com técnicas espectroscópicas.

As amostras utilizadas nas análises dessa nova metodologia são pastilhadas a partir do solo intacto. A montagem experimental do sistema de FIL está mostrada na Fig. 3. A excitação da fluorescência é realizada a partir de um laser de argônio (Coherent - modelo Innova 90C - 458 nm - 300 mW). Conforme é ilustrado na Fig. 3, na saída do laser foi colocado um prisma para remover a fluorescência de fundo do gás. A fluorescência das amostras é coletada por uma lente convergente e focalizada sobre a fenda do monocromador. A detecção é feita através de uma fotomultiplicadora e em seguida o sinal elétrico passa por um amplificador Lock-in e é enviado para o sistema de aquisição de dados. Um software foi desenvolvido para a aquisição de dados e controle do sistema. Neste sistema a emissão de fluorescência espalhada é medida providenciando informações sobre estruturas presentes na superfície da amostra.



**Fig. 3.** Sistema para medida de Fluorescência Induzida por Laser, onde: 1- Laser de Argônio; 2- Prisma; 3,4,5- Espelhos planos, 6- Lente convergente; 7- Modulador (optical chopper); 8- Filtro; 9- Monocromador; 10- Fotomultiplicadora; 11- Amplificador Lock-in; 12- Sistema de aquisição.

Cada pastilha de solo intacto possui duas faces ideais para medidas de FIL, podendo-se obter dois espectros. Com duas pastilhas por amostra são obtidos, portanto, um total de quatro medidas ou espectros, apresentando assim, 4 réplicas por amostra. Na Fig. 4 estão apresentados fotos do equipamento de FIL e das pastilhas de solo utilizadas na obtenção dos espectros.



**Fig. 4.** Foto de parte do equipamento de FIL e das pastilhas de solo e suporte utilizados nas análises.

Após a obtenção desses dados é calculado o grau de humificação das amostras de solo intacto, denominada  $H_{FIL}$ . A proposta do cálculo deste índice de humificação é a razão entre o valor da área sobre o espectro de emissão de fluorescência (ACF), com excitação em 458 nm e o valor de C orgânico total (COT) ou C orgânico total (CT), presente na amostra de solo intacto (equação 4), feito para normalizar a relação entre a intensidade de emissão e a concentração de fluoróforos presentes na MO da amostra.

$$H_{FIL} = \frac{ACF}{CT} \quad (4)$$

A adoção da área sobre a curva de fluorescência (ACF) como parâmetro para estimativa da humificação se baseia na metodologia para análise de fluorescência de AH em solução proposta por Milori et al. (2002), ou seja, o índice de humificação  $A_{465}$ .

### **Resultados experimentais sobre o tema em questão obtidos pelo grupo de pesquisa da Embrapa Instrumentação Agropecuária**

- Área Experimental:** Experimento de rotação cana-de-açúcar/amendoim sob diferentes sistemas de preparo do solo
- Análises com o Solo Intacto**
- Avaliação da Granulometria do Solo**

As amostras de solo avaliadas a partir do Latossolo Vermelho eutroférico apresentam característica granulométrica específica, sendo a mineralogia média deste solo apresentada na Tabela 1.

**Tabela 1.** O Latossolo Vermelho eutroférico e suas respectivas características granulométricas.

| Solo                           | Argila<br>(g kg <sup>-1</sup> ) | Silte<br>(g kg <sup>-1</sup> ) | Areia<br>(g kg <sup>-1</sup> ) |
|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Latossolo Vermelho eutroférico | 598                             | 270                            | 131                            |

Pela análise granulométrica vimos que este tipo de solo, o Latossolo Vermelho eutroférico é bastante argiloso, representando cerca de 60% da granulometria presente na amostra e concordando com as características para este solo encontradas na literatura (EMBRAPA, 1999).

### **Determinação de C por análise elementar, Walkley-Black e TOC**

Devido à necessidade de uma determinação segura dos EC presentes nestes solos e visando principalmente obter dados relevantes do seqüestro de C por meio dos diferentes sistemas de manejo, foram realizadas análises de C por diferentes técnicas. Com isso poderíamos definir uma técnica mais confiável já que na literatura há uma carência de informações consistentes quanto à

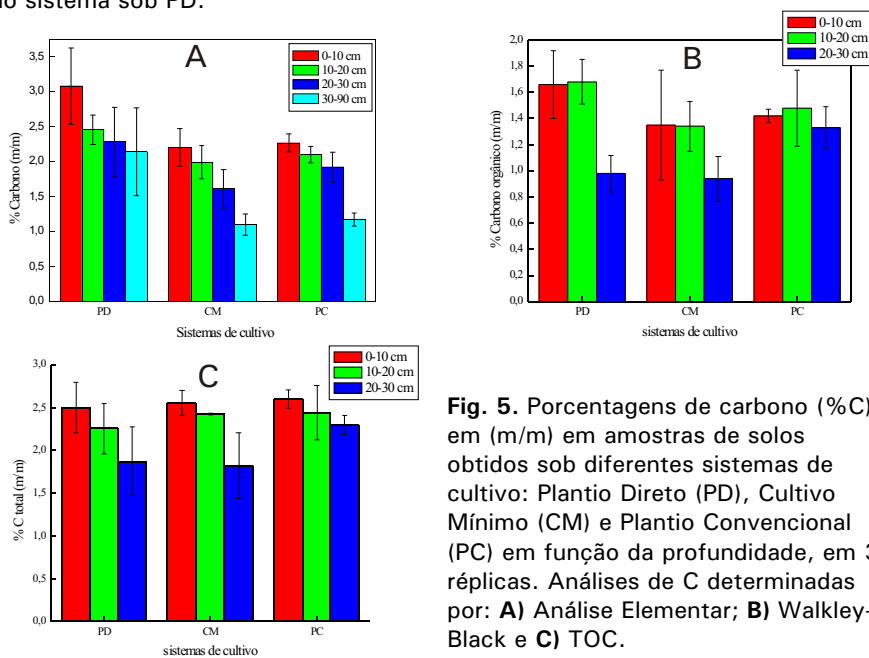
definição e a recomendação do método mais adequado para a obtenção de resultados mais satisfatórios, principalmente para solos com elevados teores de MO (CONCEIÇÃO et al., 1999).

Na Tabela 2 estão esquematizados os valores de porcentagens de C (%C) encontrados em diferentes profundidades e em três réplicas para amostras do solo em questão. As determinações de C foram realizadas por análise elementar, Walkley-Black e TOC. Pelos dados encontrados nessa tabela observamos que os valores de C apresentados pela técnica de Walkley-Black são menores em relação aos determinados por análise elementar e TOC. Isto se deve ao fato que esta técnica pode apresentar limitação quanto à identificação do C mais protegido. Outra limitação da técnica é devido à aproximação que se faz para a quantificação da MOS, utilizando a fórmula:  $MO (g\ kg^{-1}) = 1,724 \times C$ , face ao conceito de que o teor de C da MO é igual a 58%. Esse fator fixado de 1,724 para a expressão acima é chamado fator de van Bemmelen. Entretanto, apesar de sua ampla aplicação, este fator pode variar de 1,55 a 2,13, conforme determinadas características do solo (CONCEIÇÃO et al., 1999). Comparando as técnicas de análise elementar e TOC, podemos observar claramente um maior desvio padrão nas determinações de C para análise elementar, exceto para as amostras PD 10-20; CM 20-30 e PC 10-20 cm.

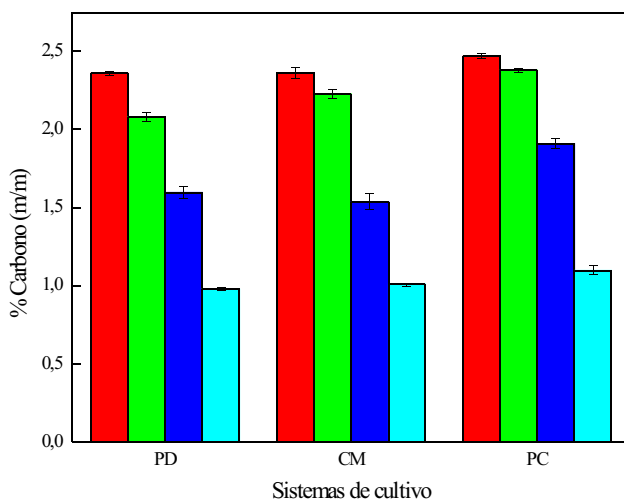
**Tabela 2.** Dados das determinações de C obtidos por três técnicas: Análise elementar, Walkley-Black e TOC, em amostras de solos sob diferentes sistemas de cultivo: Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC), em função da profundidade.

| Amostra (cm) | replica | Análise elementar |           | TOC      |           | Walkley-Black |           |
|--------------|---------|-------------------|-----------|----------|-----------|---------------|-----------|
|              |         | %C total          | media     | %C total | media     | %C organico   | media     |
| PD 0-10      | I       | 2,67              | 3,07±0,54 | 2,50     | 2,50±0,30 | 1,51          | 1,66±0,26 |
|              | II      | 3,69              |           | 2,80     |           | 1,97          |           |
|              | III     | 2,86              |           | 2,20     |           | 1,51          |           |
| PD 10-20     | I       | 2,45              | 2,45±0,20 | 2,20     | 2,25±0,30 | 1,51          | 1,68±0,17 |
|              | II      | 2,66              |           | 2,51     |           | 1,68          |           |
|              | III     | 2,25              |           | 2,04     |           | 1,86          |           |
| PD 20-30     | I       | 1,72              | 2,28±0,49 | 1,56     | 1,87±0,40 | 0,93          | 0,98±0,14 |
|              | II      | 2,65              |           | 2,32     |           | 1,13          |           |
|              | III     | 2,48              |           | 1,73     |           | 0,87          |           |
| CM 0-10      | I       | 2,15              | 2,20±0,27 | 2,45     | 2,55±0,15 | 0,87          | 1,35±0,42 |
|              | II      | 1,96              |           | 2,48     |           | 1,59          |           |
|              | III     | 2,49              |           | 2,72     |           | 1,59          |           |
| CM 10-20     | I       | 1,91              | 1,99±0,24 | 2,41     | 2,42±0,01 | 1,42          | 1,34±0,19 |
|              | II      | 1,81              |           | 2,44     |           | 1,13          |           |
|              | III     | 2,26              |           | 2,42     |           | 1,48          |           |
| CM 20-30     | I       | 1,48              | 1,61±0,27 | 1,62     | 1,82±0,38 | 0,87          | 0,94±0,17 |
|              | II      | 1,42              |           | 1,59     |           | 0,81          |           |
|              | III     | 1,92              |           | 2,26     |           | 1,13          |           |
| PC 0-10      | I       | 2,12              | 2,26±0,13 | 2,50     | 2,60±0,11 | 1,45          | 1,42±0,05 |
|              | II      | 2,30              |           | 2,72     |           | 1,45          |           |
|              | III     | 2,37              |           | 2,59     |           | 1,36          |           |
| PC 10-20     | I       | 2,00              | 2,10±0,12 | 2,09     | 2,44±0,32 | 1,19          | 1,48±0,29 |
|              | II      | 2,07              |           | 2,51     |           | 1,48          |           |
|              | III     | 2,23              |           | 2,72     |           | 1,77          |           |
| PC 20-30     | I       | 2,16              | 1,92±0,21 | 2,37     | 2,29±0,11 | 1,45          | 1,33±0,16 |
|              | II      | 1,84              |           | 2,21     |           | 1,22          |           |
|              | III     | 1,75              |           | ----     |           | ----          |           |

A Fig. 5 apresenta a porcentagem de C (%C), obtida pelas três técnicas citadas acima para as amostras de solo intacto, nos três sistemas de cultivo estudados: PD, CM e PC e em profundidades de 0-10; 10-20; 20-30 e 30-90 cm. Foi observado que o C diminui à medida que a profundidade aumenta, em todas as amostras (SEGNINI et al., 2004a, SEGNINI et al., 2004b; SEGNINI et al., 2005a). Em 5A e 5B a maior porcentagem de C foi observada em sistemas de PD, comparando com CM e PC. O PD tem mostrado aumento da MOS, provavelmente, devido à maior quantidade de resíduos de plantas, contribuído também para o aumento da capacidade deste em reter C por mais tempo (BAYER et al., 2002). Entretanto, devido ao alto desvio padrão observado entre as réplicas optamos por aplicar uma outra metodologia para determinação de C: a técnica de TOC. Quando se trata de amostras sólidas, o equipamento utilizado para esta análise possui um módulo que determina a quantidade de C total presente. A heterogeneidade das amostras de solo e a pouca quantidade em massa utilizada, cerca de 1 mg nas determinações de C, hidrogênio (H), nitrogênio (N) e enxofre (S) por análise elementar, podem ter gerado estes valores maiores de desvios padrão. Novas medidas foram realizadas para a interpretação desses dados e optamos por utilizar o TOC nas análises de C total. A Fig. 5C representa os valores de C total determinados com esta outra metodologia. Podemos observar um desvio padrão menor, não existindo também diferença expressiva de % de C entre os diferentes sistemas de plantio analisados. Isto pode ser devido, principalmente, ao experimento ser de curta duração, já que não foi suficiente observar diferença de acúmulo de C no sistema sob PD.



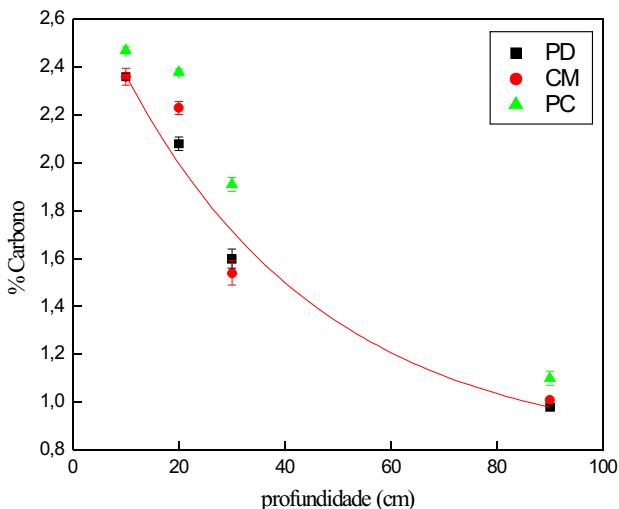
A Fig. 6 representa a % de C por TOC a partir da mistura das réplicas e observamos uma aproximação de valores de C para os três diferentes manejos. Como trata de um experimento de curta duração, os resultados estão coerentes com a literatura. Sá et al. (2000) discutiram a recuperação da MOS sob plantio direto, principalmente no que diz respeito à redução de emissão de CO<sub>2</sub> para a atmosfera e observaram que essa conversão de áreas sob preparo convencional para o sistema plantio direto (SPD) e a sua manutenção por longo período tem possibilitado a recuperação no conteúdo de C do solo e em alguns casos alcançando nível superior ao original do solo sob vegetação natural. Nesse sentido, mantida a grande importância dos experimentos de longa duração para pesquisa da dinâmica da MO no solo, a avaliação de áreas com histórico conhecido passa a ser um passo futuro necessário, ampliando a representatividade dos valores em nível regional (BAYER e DIEKOW, 2005). Sendo assim, em experimentos de longa duração pode-se obter conclusões mais definitivas.



**Fig. 6.** Porcentagens de carbono (%C) em (m/m) em amostras de solos obtidos sob diferentes sistemas de cultivo: Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade. Análises de C determinadas por TOC a partir da mistura das réplicas.

Devido aos baixos desvios e maior sensibilidade, optou-se por quantificar C nas amostras de solo através de TOC. O teor de C total do solo diminui exponencialmente com a profundidade (MACHADO, 2005; SISTI et al., 2004). Este estudo adicional foi realizado, como representado na Fig. 7. O decaimento exponencial foi observado nos três sistemas de cultivo analisados.





**Fig. 7.** Decaimento exponencial do teor de C determinados por TOC em função da profundidade em amostras de solos obtidos sob diferentes sistemas de cultivo: Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC).

### Cálculo do Estoque de C (EC)

As avaliações dos diferentes compartimentos de C no solo e sua dinâmica são imprescindíveis para a identificação de usos e manejos do solo que promovam o seqüestro de C.

Há algumas formas de se calcular o seqüestro e estoque de C de um determinado solo (MACHADO, 2005; BAYER e DIEKOW, 2005) através da equação:  $EC = [C] \times d \times l$ , sendo que [C] é a quantidade de C em  $g\ kg^{-1}$ , (d) é a densidade em  $Mg\ m^{-3}$  e (l) a espessura da camada em metros. A medição da densidade do solo é imprescindível em qualquer situação, pois somente por meio desta medida será possível quantificar a massa do solo em determinada profundidade (MACHADO, 2005). As determinações das densidades foram realizadas por CERDEIRA et al. (2004) logo após a coleta dessas amostras. A densidade do solo (d) é, por definição, a razão entre a massa dos sólidos ( $m_s$ ) e o volume total (Vt) da amostra sem deformação. Para determiná-la, amostras sem deformação de solo foram coletadas com anel de Kopeck, com borda biselada, e volume interno de  $50\ cm^3$ . A coleta foi feita em trincheiras com 1,2 metros de profundidade. Coletou-se anéis em triplicata em cada parcela experimental, de 10 em 10 cm até 0,9 metro de profundidade. A densidade do solo foi obtida dividindo-se a massa da amostra sem deformação pelo volume ocupado. A (d) foi calculada considerando-se a média dos 3 anéis de cada profundidade:

$$d = m_s / V_t \tag{5}$$

A Tabela 3 apresenta os valores de densidade para as diferentes profundidades.

**Tabela 3.** Dados das determinações das densidades (d) obtidas por Cerdeira *et al.*, 2005 para sistemas de plantio direto (PD) e convencional (PC), em diferentes profundidades, com 3 repetições.

| Profundidade (cm) | Densidade (Mg m <sup>-3</sup> ) |             |
|-------------------|---------------------------------|-------------|
|                   | PD                              | PC          |
| 0-10              | 1,24 ± 0,06                     | 1,13 ± 0,02 |
| 10-20             | 1,22 ± 0,07                     | 1,14 ± 0,05 |
| 20-30             | 1,30 ± 0,06                     | 1,19 ± 0,10 |
| 30-90             | 1,10 ± 0,01                     | 1,10 ± 0,01 |

Observa-se que as densidades das amostras sob PD são maiores se comparadas com as densidades das amostras sob PC. Sá et al. (2005) observaram que o não revolvimento do solo e a manutenção dos resíduos culturais na superfície por longo período proporcionaram um fluxo contínuo de C do reservatório ativo para o estável. Sem esse preparo do solo, a entrada de gás oxigênio (O<sub>2</sub>) é sensivelmente reduzida, criando um ambiente menos oxidativo. Assim, a exposição da MOS ao ataque microbiano é minimizada e permite que os agentes de agregação atuem como os ligantes na formação de macroagregados. Dessa forma, ocorre um efeito benéfico com o aumento da densidade do solo nos tratamentos sob PD.

Após a obtenção dos valores das densidades e dos teores de C, os EC foram avaliados, como está representado na Tabela 4.

**Tabela 4.** Valores de carbono (C) e Estoques de carbono (EC) em função da profundidade, das amostras de Plantio Direto (PD) e Plantio Convencional (PC), determinadas em amostras de solo intacto.

| Profund. (cm) | [C] (g kg <sup>-1</sup> ) |          | EC (kg m <sup>-2</sup> ) |         |
|---------------|---------------------------|----------|--------------------------|---------|
|               | PD                        | PC       | PD                       | PC      |
| 0-10          | 23,6±0,3                  | 24,7±0,1 | 2,9±1,8                  | 2,8±0,6 |
| 10-20         | 20,8±0,3                  | 23,8±0,1 | 2,5±1,8                  | 2,7±1,3 |
| 20-30         | 16,0±0,4                  | 19,1±0,3 | 2,1±1,5                  | 2,3±2,3 |
| 30-90         | 9,8±0,1                   | 11,0±0,3 | 6,5±0,2                  | 7,3±0,4 |

Apesar de que os valores de C foram maiores em PC, observamos que na amostra de PD 0-10 cm os EC são maiores, dentro do erro avaliado. Isto se deve principalmente ao fator densidade, que em PD são maiores. Em maiores profundidades, ou seja, de 30 a 90 cm, os EC são maiores, já que se está analisando a soma dessas profundidades. Observa-se, pela Fig. 8, que os valores dos EC para PC em 0-10 e 10-20 cm são mais próximos, já que com o revolvimento do solo realizado nos manejos convencionais os valores de C e EC são mais próximos nestas duas profundidades. Diferenças mais significativas podem ser observadas nas primeiras profundidades do PD.

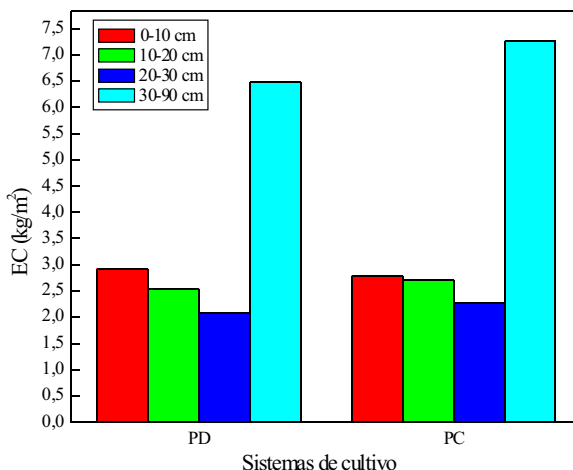


Fig. 8. Estoques de carbono (EC), em  $\text{kg m}^{-2}$ , em amostras de solos obtidos sob Plantio Direto (PD) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade.

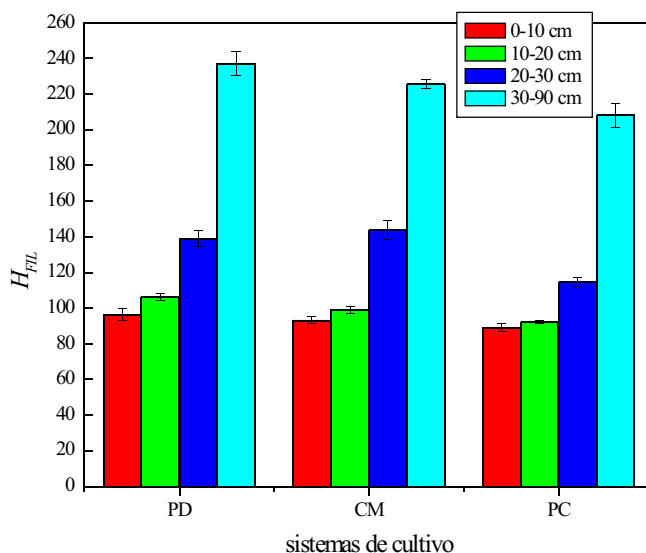
### Fluorescência Induzida por Laser (FIL)

Estudos de FIL foram realizados com as amostras de solo intactas, nas profundidades: 0-10, 10-20, 20-30 e 30-90 cm, em duplicata. Na Tabela 5 encontram-se os resultados provenientes da determinação de C orgânico total (CT) por TOC, método escolhido previamente; ACF, ou seja, a área total sobre o espectro de emissão de fluorescência (com excitação em 458 nm), em unidade arbitrária (u.a.) e  $H_{FIL}$ , índice do grau de humificação das amostras de solo intacto proposta por Milori et al. (2005), sendo a proporção entre a área do espectro de emissão de fluorescência e o valor da quantificação do C.

Tabela 5. Dados referentes à determinação de carbono orgânico total (CT), área dos espectros de Fluorescência Induzida por Laser (ACF) e índice proposto para o grau de humificação a partir da FIL ( $H_{FIL}$ ).

| Sistema plantio | Profund. (cm) | [CT]<br>( $\text{g kg}^{-1}$ ) | ACF<br>(u.a) | $H_{FIL}$ |
|-----------------|---------------|--------------------------------|--------------|-----------|
| PD              | 0-10          | 23,6±0,3                       | 227,4±5,2    | 96,3±3,3  |
| PD              | 10-20         | 20,8±0,3                       | 221,0±1,2    | 106,3±2,0 |
| PD              | 20-30         | 16,0±0,4                       | 222,6±1,2    | 139,1±4,4 |
| PD              | 30-90         | 9,8±0,1                        | 233,7±4,8    | 237,3±6,6 |
| CM              | 0-10          | 23,6±0,3                       | 220,3±1,4    | 93,2±2,0  |
| CM              | 10-20         | 22,3±0,3                       | 220,8±1,6    | 99,0±1,97 |
| CM              | 20-30         | 15,4±0,5                       | 221,9±1,0    | 143,6±5,2 |
| CM              | 30-90         | 10,1±0,1                       | 229,2±0,9    | 225,8±2,5 |
| PC              | 0-10          | 24,7±0,1                       | 220,5±4,5    | 89,3±2,3  |
| PC              | 10-20         | 23,8±0,1                       | 219,3±0,4    | 92,1±0,7  |
| PC              | 20-30         | 19,1±0,3                       | 219,3±1,4    | 114,7±2,4 |
| PC              | 30-90         | 11,0±0,3                       | 229,1±1,5    | 208,3±6,8 |

A Fig. 9 apresenta os valores de humificação das amostras de solo sob PD, CM e PC. Observamos um mesmo perfil para os três sistemas de cultivo avaliados, sendo que ocorre aumento na humificação com a profundidade do solo, ou seja, o material da superfície é menos humificado. As amostras de PC apresentam uma humificação mais uniforme nas profundidades de 0-10 e 10-20 cm, devido ao revolvimento causado pela aragem do solo nesse tipo de cultivo.



**Fig. 9.** Dados obtidos por FIL sob diferentes sistemas de cultivo: Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade.

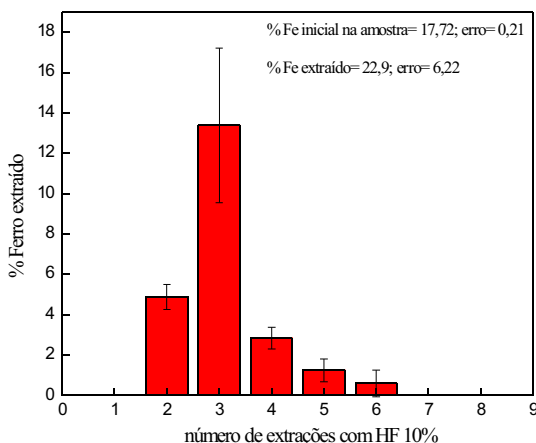
#### **Tratamento das amostras de solo com HF 10%**

Solos do tipo Latossolos apresentam altos teores de Fe (para Latossolos Vermelhos eutróféricos, as quantidades de  $Fe_2O_3$  estão entre 180 e 360  $g\ kg^{-1}$ ) (EMBRAPA, 1999), impossibilitando analisá-los por métodos espectroscópicos baseados em ressonância (RMN ou RPE), já que o Fe é um dos maiores interferentes dessas técnicas. O tratamento dessas amostras de solos com ácido fluorídrico (HF) 10% tem se mostrado eficaz usando posterior avaliação por técnicas espectroscópicas, principalmente, na análise qualitativa da matéria orgânica utilizando RMN (GONÇALVES et al., 2003; DICK et al., 2005).

O HF é utilizado principalmente para a dissolução de materiais contendo silicatos e minerais. É um ácido fraco, não oxidante, cuja reatividade se baseia em sua natureza complexante.

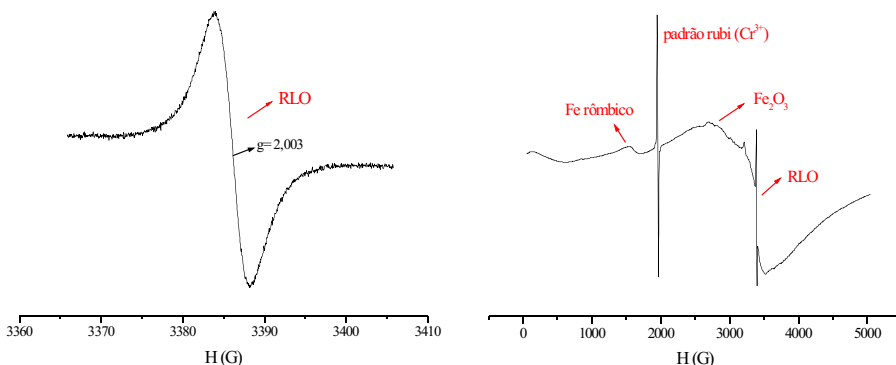
A reação do HF nesses solos faz com que o Fe presente na forma de óxidos de Fe torne-se livre, permitindo a determinação dessas amostras de solo pela maioria das técnicas espectroscópicas, uma vez que tenha se retirado o interferente.

Baseado nesta possibilidade foi realizado um estudo a partir do tratamento com HF 10% em uma amostra teste (PD 0-10 cm) para verificação da eficiência do tratamento em Latossolos Vermelhos eutroféricos. Após seguir o procedimento experimental proposto por Gonçalves *et al.* (2003), foram analisados todos os extratos por Absorção Atômica, inclusive a amostra inicial, digerida em água régia para a prévia determinação do Fe total. A Fig. 10 representa a porcentagem de Fe extraído em cada lavagem do solo. Como foi realizado um total de 8 lavagens, podemos perceber que tanto a segunda quanto a terceira lavagem foram eficazes na retirada de Fe, sendo que, já na sétima lavagem não retirou-se mais Fe dessa amostra. De acordo com a Absorção Atômica a porcentagem de Fe extraído foi de  $(22,90 \pm 6,22)\%$ . Se compararmos com a quantidade de Fe presente na amostra inicial,  $(17,72 \pm 0,21)\%$ , podemos considerar um tratamento eficaz para a retirada de Fe na amostra.



**Fig. 10.** Porcentagem (%) de Fe extraído após tratamento com HF 10% para a amostra de solo intacto PD 0-10 cm, em 4 réplicas. Resultados obtidos por Absorção Atômica.

Entretanto, ao se fazer a análise qualitativa da amostra por RPE observou-se que esta ainda continha traços de Fe. Na Fig. 11 A observamos que foi possível a quantificação do radical livre orgânico (RLO), já que esta técnica tem como objetivo, avaliar a concentração de radicais livres do tipo semiquinona, índice do grau de humificação da MOS. Porém, ao se fazer uma varredura mais ampla desse espectro (Fig. 11B) observou a presença de Fe rômico em 1500 Gauss e de óxido de Fe amorfo em g 2 (2600 Gauss), além do sinal do RLO, com g 2,003 (3400 Gauss).



**Fig. 11.** Espectros de Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) com a amostra de solo intacto PD 0-10 cm após o tratamento com HF 10 % sendo: **A)** sinal do radical livre orgânico (RLO) e **B)** espectro com varredura mais ampla mostrando sinais de íons ferro ( $Fe^{3+}$ ).

A Tabela 6 nos fornece outros resultados obtidos após o tratamento da amostra com HF 10%, bem como rendimento, determinações de C, nitrogênio (N), hidrogênio (H) e enxofre (S) por análise elementar e teor de cinzas. O rendimento foi muito baixo, de aproximadamente 5%. O valor de C aumentou de 7 a 8 vezes, passando de 2 a 3% para 15 a 17% pós-tratamento. Esse método, via HF, faz com que ocorra uma concentração de C orgânico, já que o C inorgânico é solubilizado. Considerando o teor de cinzas (Tabela 6), foi possível observar que o tratamento não foi eficaz, já que o teor de cinzas, para todas as réplicas foram maiores que 60%.

**Tabela 6.** Resultados obtidos com o tratamento HF 10% para a amostra de solo intacto PD 0-10 cm, em 4 réplicas.

|                 | Replica I | Replica II | Replica III | Replica IV |
|-----------------|-----------|------------|-------------|------------|
| Rendimento (%)  | 5,44      | 5,62       | 5,18        | 5,44       |
| C (%)           | -----     | 15,94      | -----       | 17,33      |
| N (%)           | -----     | 1,69       | -----       | 1,64       |
| H (%)           | -----     | 2,23       | -----       | 2,78       |
| S (%)           | -----     | 1,51       | -----       | 2,29       |
| Teor cinzas (%) | 75,0      | 61,4       | 67,0        | 72,0       |

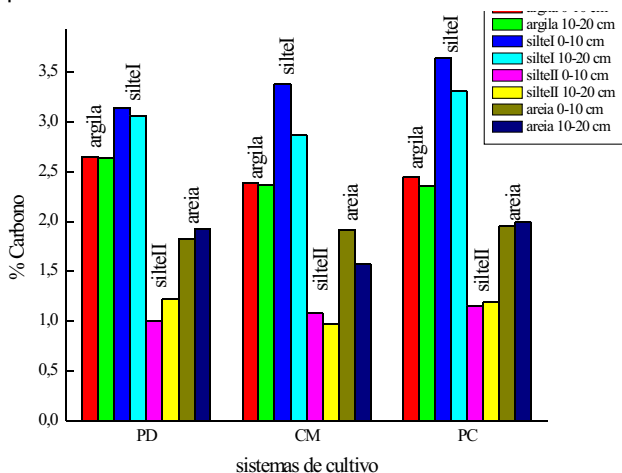
### **Análises com o solo fracionado - Fracionamento Físico**

O fracionamento físico da MOS tem sido usado para estudar a relação entre a estabilização da MO e a sua localização na estrutura do solo. A seguir serão apresentados resultados do fracionamento físico por tamanho.

**Fracionamento Físico por Tamanho**

**Determinação de C nas Frações do Solo**

A Fig. 12 apresenta os percentuais de C presentes nas frações físicas do solo em função do manejo e da profundidade (0-10 e 10-20 cm), representados por diferença de tamanho: argila (0-2  $\mu\text{m}$ ); silte I (2-20  $\mu\text{m}$ ); silte II (20-53  $\mu\text{m}$ ) e areia (> 53  $\mu\text{m}$ ). Para os três sistemas de manejo, a fração silte I foi a que apresentou maior quantidade de C, em  $\text{kg kg}^{-1}$ , com maior aporte em PC 0-10 cm. Em contrapartida, a fração silte II foi a que apresentou menor quantidade de C. É importante ressaltar a importância de cada compartimento da MO para o seqüestro de C atmosférico e redução da contribuição da agricultura para o efeito estufa.



**Fig. 12.** Porcentagem de carbono (%C) determinada por TOC das frações físicas: argila (0-2  $\mu\text{m}$ ), silte I (2-20 $\mu\text{m}$ ), silte II (20-53  $\mu\text{m}$ ) e areia (> 53  $\mu\text{m}$ ) sob diferentes sistemas de cultivo - Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade.

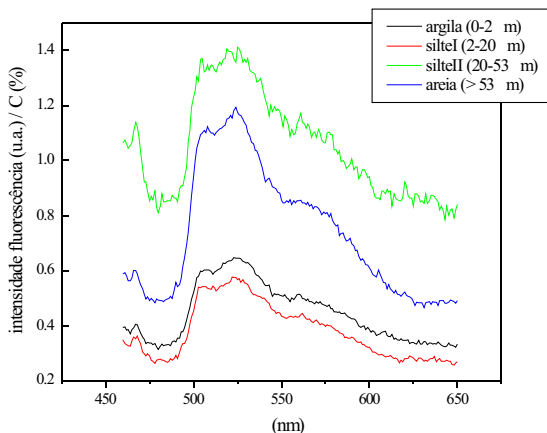
Normalmente, a recomposição dos compartimentos da MOS e a concentração de C nas frações granulométricas da MOS são afetadas pelo preparo do solo (BAYER et al., 2003).

No caso deste experimento observamos o aumento de C em frações mais leves, porém ainda não se distinguem os diferentes sistemas de cultivo. Isto pode ser explicado pelo pouco tempo do experimento em questão.

**Fluorescência Induzida por Laser (FIL) das Frações de Solo**

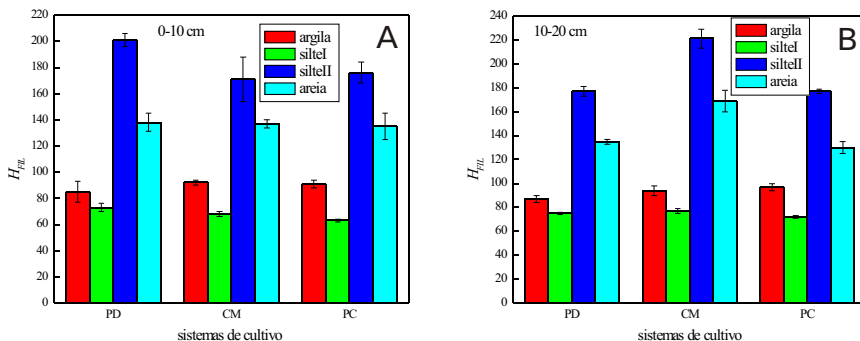
Estudos de Fluorescência Induzida por Laser (FIL) foram realizados com as frações físicas da MOS, nas profundidades: 0-10 e 10-20 cm, em duplicata.

Na Fig. 13 apresentam-se os espectros de FIL avaliados para as frações físicas da amostra PD 0-10 cm, sendo que para as outras amostras os espectros das frações se comportam semelhantemente. A fração de silte II foi a que apresentou maior intensidade de fluorescência em função do C.



**Fig. 13.** Espectros característicos da razão intensidade de FIL das frações físicas por C: argila (0-2  $\mu\text{m}$ ), silte I (2-20  $\mu\text{m}$ ), silte II (20-53  $\mu\text{m}$ ) e areia (>53  $\mu\text{m}$ ) para a amostra PD 0-10 cm.

A Fig. 14 representa o grau de humificação para as frações físicas, separando as profundidades de 0-10 (A) e 10-20 cm (B). As frações de silte II, que possuem a menor fluorescência e menor teor de C, apresentaram maior índice de humificação. As frações de silte I apresentaram menor índice de humificação.



**Fig. 14.** Dados obtidos por FIL das frações físicas (argila, silte I, silte II e areia) sob diferentes sistemas de cultivo: Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade: **A)** 0-10 cm e **B)** 10-20 cm.



Na Tabela 7 encontram-se os resultados provenientes da determinação de C (%C), ACF, ou seja, a área total sobre o espectro de emissão de fluorescência (com excitação em 458 nm), em unidade arbitrária (u.a.) e  $H_{FIL}$ , sendo a estimativa para o grau de humificação das amostras de solo intacto proposta por Milori et al. (2005).

**Tabela 7.** Dados referentes ao C (%C), área dos espectros de fluorescência (FIL), (ACF), e proporção entre a área e a %C das amostras de solo analisadas.

| <b>Fracao</b>       | <b>%C</b> | <b>ACF (u.a.)</b> | <b><math>H_{FIL}</math></b> |
|---------------------|-----------|-------------------|-----------------------------|
| PD 0-10cm argila    | 2,65±0,24 | 223,9±2,8         | 85±8                        |
| PD 0-10cm silte I   | 3,14±0,09 | 229,1±1,3         | 73±3                        |
| PD 0-10cm silte II  | 1,00±0,02 | 201,4±1,1         | 201±5                       |
| PD 0-10cm areia     | 1,83±0,06 | 253,4±4,0         | 138±7                       |
| PD 10-20cm argila   | 2,64±0,06 | 229,8±3,8         | 87±3                        |
| PD 10-20cm silte I  | 3,06±0,00 | 229±2,6           | 75±1                        |
| PD 10-20cm silte II | 1,22±0,01 | 216,4±3,3         | 177±4                       |
| PD 10-20cm areia    | 1,93±0,01 | 259,6±3,2         | 135±2                       |
| CM 0-10cm argila    | 2,39±0,03 | 219,5±1,5         | 92±2                        |
| CM 0-10cm silte I   | 3,38±0,01 | 230,9±3,7         | 68±2                        |
| CM 0-10cm silte II  | 1,09±0,04 | 186,5±10,7        | 171±17                      |
| CM 0-10cm areia     | 1,92±0,02 | 263,3±3,9         | 137±3                       |
| CM 10-20cm argila   | 2,37±0,05 | 222,9±4,4         | 94±4                        |
| CM 10-20cm silte I  | 2,87±0,06 | 222,3±1,7         | 77±2                        |
| CM 10-20cm silte II | 0,98±0,02 | 216,9±3,2         | 221±8                       |
| CM 10-20cm areia    | 1,57±0,07 | 264,9±2,4         | 169±9                       |
| PC 0-10cm argila    | 2,45±0,01 | 223,1±5,7         | 91±3                        |
| PC 0-10cm silte I   | 3,64±0,01 | 228,3±4,6         | 63±1                        |
| PC 0-10cm silte II  | 1,15±0,04 | 202,2±2,5         | 176±8                       |
| PC 0-10cm areia     | 1,96±0,11 | 264,4±4,4         | 135±10                      |
| PC 10-20cm argila   | 2,35±0,03 | 227±3,1           | 97±3                        |
| PC 10-20cm silte I  | 3,31±0,03 | 237,1±1,3         | 72±1                        |
| PC 10-20cm silte II | 1,19±0,00 | 210,1±2,5         | 177±2                       |
| PC 10-20cm areia    | 1,99±0,04 | 258,1±5,0         | 130±5                       |

Estudos anteriores de Bayer et al. (2003) avaliaram a MOS por RPE nas frações físicas de um Cambissolo Húmico, cultivado por 8 anos e observaram um ambiente menos oxidativo no solo em PD, o qual promoveu diminuição no grau de humificação da MO, em comparação aos solos manejados sob preparo reduzido e PC. Encontraram que a fração granulométrica 2-20  $\mu\text{m}$  apresentou a concentração mais alta de radicais livres semiquinona (RLS) e menor largura de linha do sinal de RPE, o que é consistente com o maior grau de humificação da

MO e/ou maior interação da MO com a fração mineral, comparativamente aos demais tamanhos de partícula.

Para verificar a eficiência neste processo de fracionamento físico por tamanho, foi realizado um cálculo para estimar o grau de humificação ( $H_{FIL}$ ) obtido em cada fração, para a seguir, comparar com o grau de humificação das amostras de solo intacto, isto é, antes do fracionamento.

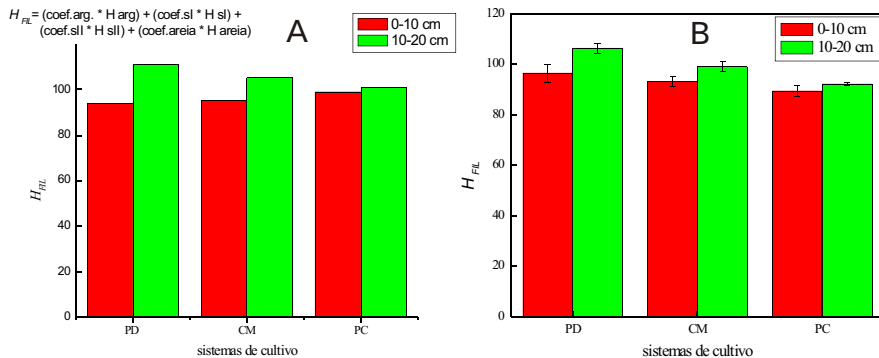
$$H_{FIL\ total} = (\text{coeficiente argila} \times H_{FIL\ argila}) + (\text{coeficiente silte I} \times H_{FIL\ silte\ I}) + (\text{coeficiente silte II} \times H_{FIL\ silte\ II}) + (\text{coeficiente areia} \times H_{FIL\ areia}) \quad (6)$$

Sendo os coeficientes das frações calculados com base no valor de C em função do rendimento obtido para cada fração, como pode ser observado na Tabela 8. O valor de  $H_{FIL\ total}$  das frações físicas foi comparado com o  $H_{FIL}$  para o solo intacto.

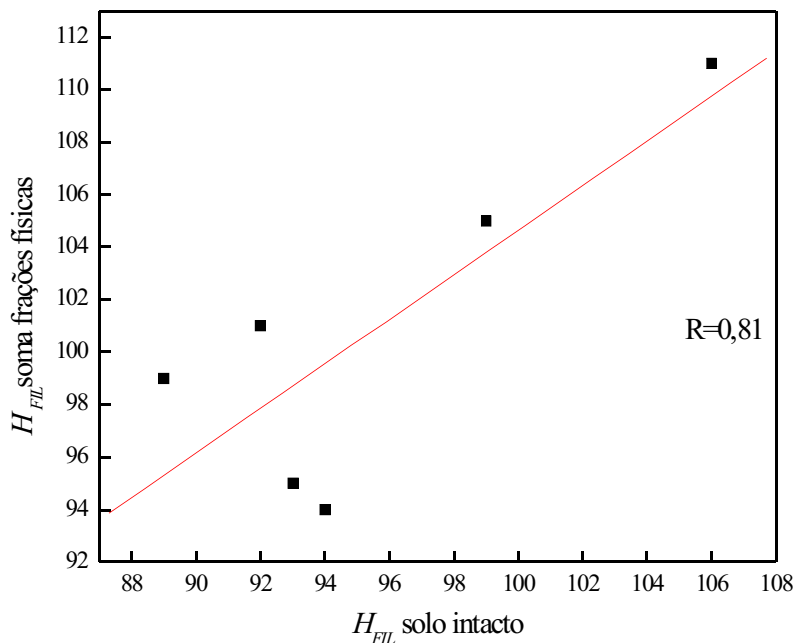
**Tabela 8.** Dados de rendimento, carbono total (CT), coeficientes das frações físicas e graus de humificação ( $H_{FIL}$ ) das frações de solo obtidas após fracionamento físico por tamanho.

| Fraçao              | % rend. | % CT | coef. | $H_{FIL}$<br>cada fraçao | $H_{FIL\ total}$ |
|---------------------|---------|------|-------|--------------------------|------------------|
| PD 0-10cm argila    | 60      | 2,65 | 0,66  | 85                       | 94,47            |
| PD 0-10cm silte I   | 14      | 3,14 | 0,18  | 73                       |                  |
| PD 0-10cm silte II  | 12      | 1,00 | 0,05  | 201                      |                  |
| PD 0-10cm areia     | 14      | 1,82 | 0,11  | 138                      |                  |
| PD 10-20cm argila   | 26      | 2,64 | 0,31  | 87                       | 111,18           |
| PD 10-20cm silte I  | 12      | 3,06 | 0,17  | 75                       |                  |
| PD 10-20cm silte II | 6       | 1,22 | 0,03  | 177                      |                  |
| PD 10-20cm areia    | 56      | 1,93 | 0,49  | 135                      |                  |
| CM 0-10cm argila    | 62      | 2,39 | 0,63  | 92                       | 95,17            |
| CM 0-10cm silte I   | 15      | 3,38 | 0,22  | 68                       |                  |
| CM 0-10cm silte II  | 11      | 1,08 | 0,05  | 171                      |                  |
| CM 0-10cm areia     | 12      | 1,92 | 0,10  | 137                      |                  |
| CM 10-20cm argila   | 63      | 2,37 | 0,69  | 94                       | 104,61           |
| CM 10-20cm silte I  | 12      | 2,87 | 0,16  | 77                       |                  |
| CM 10-20cm silte II | 10      | 0,97 | 0,04  | 222                      |                  |
| CM 10-20cm areia    | 15      | 1,57 | 0,11  | 169                      |                  |
| PC 0-10cm argila    | 53      | 2,45 | 0,55  | 91                       | 98,76            |
| PC 0-10cm silte I   | 12      | 3,64 | 0,19  | 63                       |                  |
| PC 0-10cm silte II  | 9       | 1,15 | 0,04  | 176                      |                  |
| PC 0-10cm areia     | 26      | 1,95 | 0,22  | 135                      |                  |
| PC 10-20cm argila   | 59      | 2,35 | 0,61  | 97                       | 101,00           |
| PC 10-20cm silte I  | 12      | 3,31 | 0,17  | 72                       |                  |
| PC 10-20cm silte II | 7       | 1,19 | 0,03  | 177                      |                  |
| PC 10-20cm areia    | 22      | 1,99 | 0,19  | 130                      |                  |

A Fig. 15 mostra a concordância entre os valores de humificação considerando a soma dos graus de humificação das frações em função do rendimento obtido (A) e a humificação do solo intacto, sob diferentes sistemas de cultivo (B), com coeficiente de correlação de 0,81 (Fig. 16).



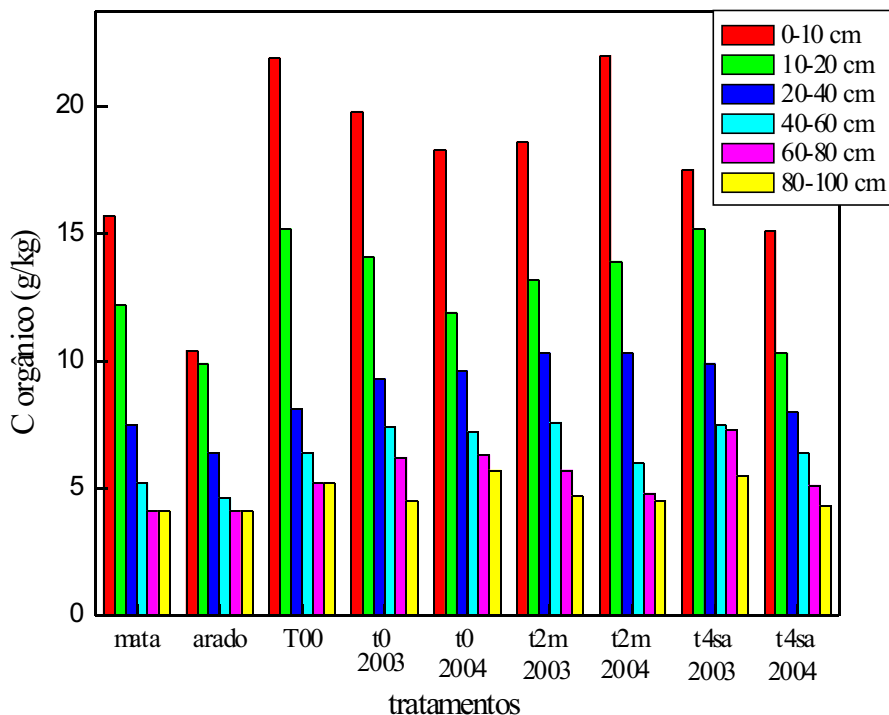
**Fig. 15.** FIL **A**) da soma das frações físicas (argila , silte I, silte II e areia) e **B**) do solo intacto sob Plantio Direto (PD), Cultivo Mínimo (CM) e Plantio Convencional (PC) em função da profundidade.



**Fig. 16.** Relação entre a humificação ( $H_{FIL}$ ) das amostras de solo intacto com as da soma das frações físicas do solo determinados por Fluorescência Induzida por Laser (FIL).

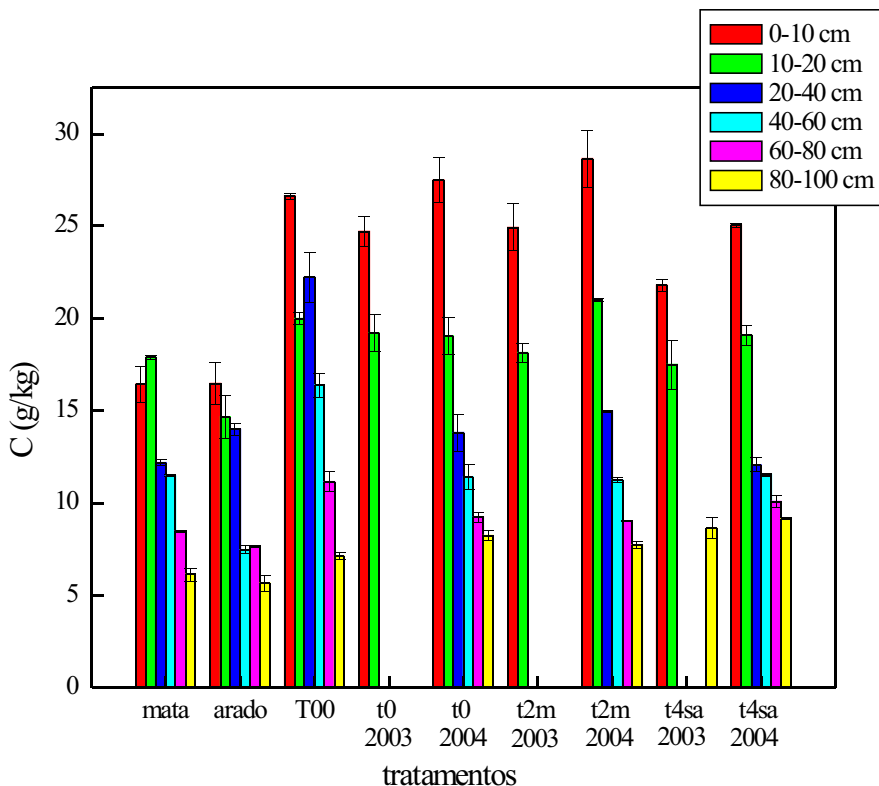
**-Área Experimental:** Experimento de Pastagem com Gramínea Tropical  
**-Análises do Solo Intacto**  
**-Determinação de C**

As Fig.s 17, 18 e 19 representam as quantidades de C totais ( $\text{g kg}^{-1}$ ) das amostras de um Latossolo Vermelho-Amarelo distrófico, com 30% de argila, obtido a partir de um ensaio de campo de gramíneas, da espécie forrageira *Brachiaria decumbens*, com 26 anos de idade. Os resultados obtidos por Walkley-Black estão apresentados na Fig. 17.



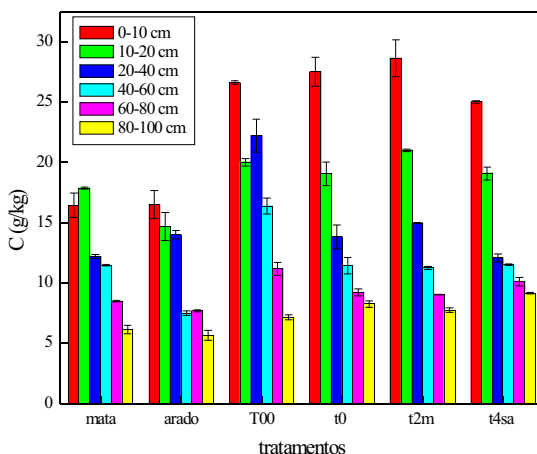
**Fig. 17.** Valores de C ( $\text{g kg}^{-1}$ ) determinados por Walkley-Black em amostras de solos sob diferentes sistemas de cultivo de pastagem em função da profundidade: T00 (sem N e calcário-referência); t0 (zero de calcário na superfície, recebendo  $400 \text{ kg ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$  N-sulfato de amônio e  $\text{K}_2\text{O}$ ); t2m ( $2 \text{ t ha}^{-1}$  de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de  $1 \text{ t ha}^{-1}$  de calcário) e t4sa ( $4 \text{ t ha}^{-1}$  de calcário na superfície em parcelas sem NK), além de mata nativa e solo arado.

Na Fig. 18 são mostrados os resultados das determinações de C por TOC.



**Fig. 18.** Valores de C ( $\text{g kg}^{-1}$ ) determinados por TOC em amostras de solos sob diferentes sistemas de cultivo de pastagem em função da profundidade: T00 (sem N e calcário-referência); t0 (zero de calcário na superfície, recebendo  $400 \text{ kg ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$  N-sulfato de amônio e  $\text{K}_2\text{O}$ ); t2m (2 t/ha de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t/ha de calcário) e t4sa (4 t/ha de calcário na superfície em parcelas sem NK), além de mata nativa e solo arado.

Para melhor visualização, a Fig. 19 apresenta somente os resultados de C obtidos com as amostras de 2004.



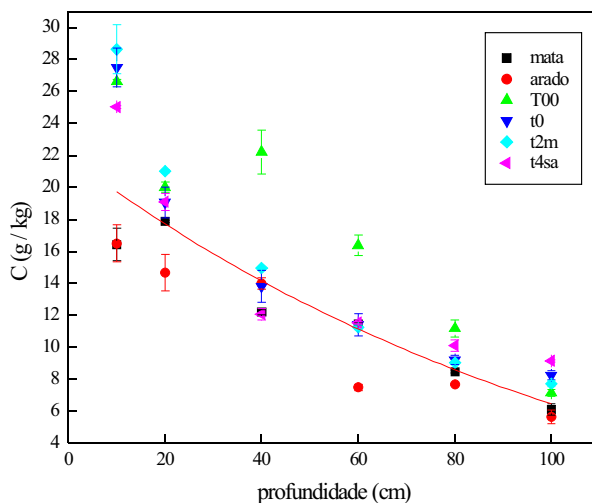
**Fig. 19.** Valores de C ( $\text{g kg}^{-1}$ ) determinados por TOC em amostras de solos coletados em 2004 em diferentes sistemas de cultivo sob pastagem, em função da profundidade: T00 (sem N e calcário - referência); t0 (zero de calcário na superfície, recebendo  $400 \text{ kg ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$  N-sulfato de amônio e  $\text{K}_2\text{O}$ ); t2m (2 t/ha de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t/ha de calcário) e t4sa (4 t/ha de calcário na superfície em parcelas sem NK), além de mata e solo arado.

Avaliando os resultados de TOC, a maior quantidade de C ( $P < 0,05$ ) foi observada nas amostras de solo sob pastagem, principalmente nas amostras sob adubação. Verificou-se também, comparando 2003 com 2004, que em 2004 houve um aumento na quantidade de C, para todas as amostras, e a diferença de C é maior na superfície (0-10 cm), onde há uma maior dinâmica da MO. Ocorre diminuição do teor de C à medida que aumenta a profundidade do solo. Observa-se que o tratamento t2m apresenta o maior acúmulo de C nas camadas superficiais, enquanto o tratamento T00 o apresenta para as camadas inferiores, evidenciando que, em sistemas de pastagens produtivas, a calagem do solo em doses pequenas e continuadas, com entrada de N no sistema, faz com que haja incorporação de material orgânico ao solo pela forrageira (raízes e resíduos), podendo ser igual ou superior ao estado inicial (T00), ou ao da camada superficial do solo arado revolvido. Primavesi et al. (2004) avaliaram que, em sistemas de pastagens, a calagem, mesmo aplicada em grandes quantidades na superfície do solo, não chega a afetar de maneira negativa o teor de MO, considerando o aumento no potencial de oxidação. O que geralmente ocorre é uma leve redução do teor de MO, na camada superficial, quando o calcário é incorporado ao solo, já que pode facilitar a oxidação de parte dessa MO, porém, sem alterações significativas com o decorrer do tempo quando sob pastagem. Verifica-se tendência de aumento de C na camada mais profunda nos tratamentos que receberam calcário (Fig. 19), e que pode estar vinculado ao enriquecimento do perfil do solo em Ca, o que favorece o

desenvolvimento radicular e a incorporação de C em camadas mais profundas (PRIMAVESI et al., 2004). E também ocorreu tendência de maior teor de C na pastagem sem adubação (T00), que normalmente aloca mais energia para as raízes que para a produção da parte aérea em solos de baixa fertilidade. Nesse caso, de menor vigor do capim-braquiária, normalmente ocorre a presença significativa de grama-batatais (*Paspalum notatum*) que, normalmente, desenvolve mais seu sistema radicular. Primavesi et al. (2004) verificaram que, em pastagens adubadas e corretamente manejadas, além do enriquecimento do perfil do solo em Ca, ocorre maior produção de forragem e retorno de material orgânico à superfície do solo em curto espaço de tempo, o que pode compensar a perda por oxidação acelerada em presença de calcário, e que aumenta o pH do meio.

Algumas informações já apresentadas por Boddey et al. (2001) permitem concluir que áreas de pastagens de *Brachiaria* bem manejadas, que evitam o sobrepastejo e com a devida adubação de manutenção, podem representar importantes sítios de armazenamento de C no solo.

A Fig. 20 representa a diminuição do teor de C total do solo em função da profundidade, evidenciando a relação exponencial com decaimento à medida que aumenta a profundidade, também verificado por outros autores (MACHADO, 2005; SISTI et al., 2004). Contrastam a curva de C para o solo arado e sob pastagem.

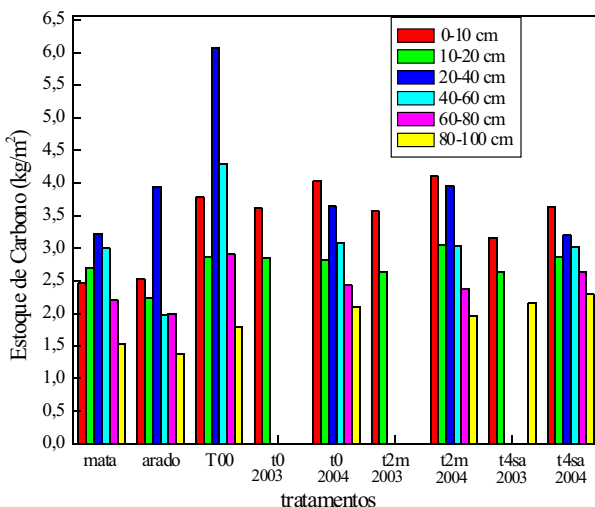


**Fig. 20.** Decaimento exponencial do teor de C em função da profundidade em amostras de solos obtidos sob diferentes sistemas de cultivo: T00 (sem N e calcário - referência); t0 (zero de calcário na superfície, recebendo 400 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> N-sulfato de amônio e K<sub>2</sub>O); t2m (2 t/ha de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t ha<sup>-1</sup> de calcário) e t4sa (4 t/ha de calcário na superfície em parcelas sem NK); além de mata e solo arado.

**Cálculo do Estoque de C**

Na Tabela 9 encontram-se os valores dos teores de C, das densidades obtidas para cada amostra e seus respectivos EC calculados para essas áreas. Na Tabela 10 encontram-se os valores de EC calculados, separados por profundidades. Analisando os dados dessas tabelas observamos que houve aumento do EC em 2004. Ao analisar os dados de clima na Base de Dados Canchim (EMBRAPA PECUÁRIA SUDESTE, 2005) vimos que em 2003 a umidade média relativa do ar era de 81,6% e a temperatura média foi de 22,04 °C, considerando as médias mensais de janeiro a maio. Já em 2004, a umidade relativa do ar foi de 79,4, com temperatura média de 21,68 °C. Acreditamos que houve poucas mudanças relacionadas ao clima de um ano para o outro e que estes valores para os EC podem ser reais. Entretanto, em lugares mais frios, o acúmulo de MOS ou C pode ser muito maior, pois a taxa de degradação é menor ou mais lenta que em condições de clima tropical, como aqui no Brasil. Os maiores valores de C no tratamento sem adubo e calcário (T00) podem estar relacionado com a presença maior de grama-batatais, que podem apresentar maior atividade radicular.

A Fig. 21 nos fornece os resultados de EC calculados para as amostras de solo em diferentes tratamentos.



**Fig. 21.** Estoques de C (EC), em kg m<sup>-2</sup>, das amostras de solos obtidos em função de diferentes sistemas de manejo de pastagem: T00 (referência, sem N e calcário); t0 (zero de calcário superficial, recebendo NK); t2m (2 t ha<sup>-1</sup> de calcário superficial, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t ha<sup>-1</sup> de calcário) e t4sa (4 t ha<sup>-1</sup> de calcário superficial em parcelas sem NK); além de mata e solo arado (reforma da pastagem).



**Tabela 9.** Teores de C determinados por TOC, das densidades e estoques de C (EC) para os diferentes sistemas de cultivo sob pastagem, mata nativa e arado.

| <b>Amostra</b>       | <b>Teor de C<br/>(g kg<sup>-1</sup>)</b> | <b>Densidade do solo<br/>(Mg m<sup>-3</sup>)</b> | <b>Espessura da<br/>camada<br/>(m)</b> | <b>EC<br/>(kg m<sup>-2</sup>)</b> |
|----------------------|--|--|--|-----------------------------------|
| 1. mata 0-10         | 16,43±1,00                               | 1,5  | 0,1                                    | 2,46                              |
| 2. mata 10-20        | 17,88±0,08                               | 1,51   | 0,1                                    | 2,70                              |
| 3. mata 20-40        | 12,20±0,17                               | 1,32   | 0,2                                    | 3,22                              |
| 4. mata 40-60        | 11,47±0,07                               | 1,31   | 0,2                                    | 3,00                              |
| 5. mata 60-80        | 8,48±0,08                                | 1,3  | 0,2                                    | 2,20                              |
| 6. mata 80-100       | 6,12±0,35                                | 1,25   | 0,2                                    | 1,53                              |
| 7. arado 0-10        | 16,50±1,15                               | 1,53   | 0,1                                    | 2,52                              |
| 8. arado 10-20       | 14,68±1,15                               | 1,52   | 0,1                                    | 2,23                              |
| 9. arado 20-40       | 13,99±0,36                               | 1,41   | 0,2                                    | 3,94                              |
| 10. arado 40-60      | 7,49±0,20                                | 1,32   | 0,2                                    | 1,98                              |
| 11. arado 60-80      | 7,68±0,06                                | 1,3  | 0,2                                    | 2,00                              |
| 12. arado 80-100     | 5,65±0,42                                | 1,22   | 0,2                                    | 1,38                              |
| 13. T00 0-10         | 26,62±0,14                               | 1,42   | 0,1                                    | 3,78                              |
| 14. T00 10-20        | 20,01±0,32                               | 1,43   | 0,1                                    | 2,86                              |
| 15. T00 20-40        | 22,21±1,36                               | 1,37   | 0,2                                    | 6,08                              |
| 16. T00 40-60        | 16,38 ± 0,65                             | 1,31   | 0,2                                    | 4,29                              |
| 17. T00 60-80        | 11,17±0,54                               | 1,3  | 0,2                                    | 2,90                              |
| 18. T00 80-100       | 7,15±0,20                                | 1,25   | 0,2                                    | 1,79                              |
| 19. t0 0-10 (03)     | 24,7±0,82                                | 1,46   | 0,1                                    | 3,61                              |
| 20. t0 10-20 (03)    | 19,21±1,01                               | 1,48   | 0,1                                    | 2,84                              |
| 21. t0 0-10 (04)     | 27,51±1,22                               | 1,46   | 0,1                                    | 4,02                              |
| 22. t0 10-20 (04)    | 19,06±0,98                               | 1,48   | 0,1                                    | 2,82                              |
| 23. t0 20-40 (04)    | 13,80±1,00                               | 1,32   | 0,2                                    | 3,64                              |
| 24. t0 40-60 (04)    | 11,41±0,69                               | 1,35   | 0,2                                    | 3,08                              |
| 25. t0 60-80 (04)    | 9,21±0,29                                | 1,32   | 0,2                                    | 2,43                              |
| 26. t0 80-100 (04)   | 8,25±0,28                                | 1,27   | 0,2                                    | 2,10                              |
| 27. t2m 0-10 (03)    | 24,94±1,27                               | 1,43   | 0,1                                    | 3,57                              |
| 28. t2m 10-20 (03)   | 18,16±0,53                               | 1,45   | 0,1                                    | 2,63                              |
| 29. t2m 0-10 (04)    | 28,64±1,54                               | 1,43   | 0,1                                    | 4,10                              |
| 30. t2m 10-20 (04)   | 21,01±0,10                               | 1,45   | 0,1                                    | 3,05                              |
| 31. t2m 20-40 (04)   | 14,97±0,03                               | 1,32   | 0,2                                    | 3,95                              |
| 32. t2m 40-60 (04)   | 11,24±0,13                               | 1,35   | 0,2                                    | 3,03                              |
| 33. t2m. 60-80 (04)  | 9,03±0,04                                | 1,32   | 0,2                                    | 2,38                              |
| 34. t2m 80-100 (04)  | 7,73±0,19                                | 1,27   | 0,2                                    | 1,96                              |
| 35. t4sa 0-10 (03)   | 21,78±0,33                               | 1,45   | 0,1                                    | 3,16                              |
| 36. t4sa 10-20 (03)  | 17,52±1,34                               | 1,5  | 0,1                                    | 2,63                              |
| 37. t4sa 80-100 (03) | 8,64±0,57                                | 1,25   | 0,2                                    | 2,16                              |
| 38. t4sa 0-10 (04)   | 25,03±0,10                               | 1,45   | 0,1                                    | 3,63                              |
| 39. t4sa 10-20 (04)  | 19,09±0,54                               | 1,5  | 0,1                                    | 2,86                              |
| 40. t4sa 20-40 (04)  | 12,07±0,35                               | 1,32   | 0,2                                    | 3,19                              |
| 41. t4sa 40-60 (04)  | 11,53±0,06                               | 1,31   | 0,2                                    | 3,02                              |

**Tabela 10.** Estoques de C (EC), em kg m<sup>-2</sup>, em função de diferentes sistemas de manejo de pastagem: T00 (referência, sem N e calcário); t0 (zero de calcário superficial, recebendo NK); t2m (2 t ha<sup>-1</sup> de calcário superficial, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t ha<sup>-1</sup> de calcário) e t4sa (4 t ha<sup>-1</sup> de calcário superficial em parcelas sem NK); além de mata e solo arado (reforma da pastagem).

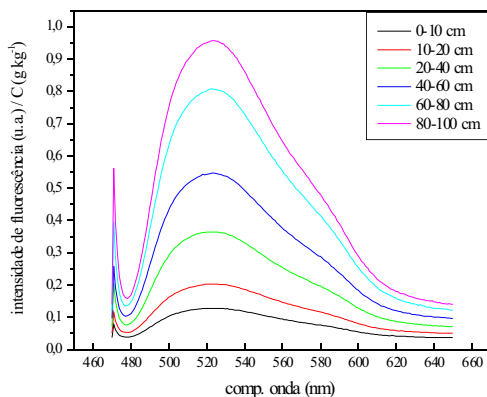
| profund.<br>(cm) | EC (kg m <sup>-2</sup> ) |            |      |      |      |      |      |      |      |
|------------------|--------------------------|------------|------|------|------|------|------|------|------|
|                  | mata                     | solo arado | T00  | to   |      | t2m  |      | t4sa |      |
|                  |                          |            |      | 2003 | 2004 | 2003 | 2004 | 2003 | 2004 |
| 0-10             | 2,46                     | 2,52       | 3,78 | 3,61 | 4,02 | 3,57 | 4,10 | 3,16 | 3,63 |
| 10-20            | 2,70                     | 2,23       | 2,86 | 2,84 | 2,82 | 2,63 | 3,05 | 2,63 | 2,86 |
| 20-40            | 3,22                     | 3,94       | 6,08 | ---- | 3,64 | ---- | 3,95 | ---- | 3,19 |
| 40-60            | 3,00                     | 1,98       | 4,29 | ---- | 3,08 | ---- | 3,03 | ---- | 3,02 |
| 60-80            | 2,20                     | 2,00       | 2,90 | ---- | 2,43 | ---- | 2,38 | ---- | 2,63 |
| 80-100           | 1,53                     | 1,38       | 1,79 | ---- | 2,10 | ---- | 1,96 | 2,16 | 2,29 |

Comparando os valores de EC referentes ao período de conversão de solo sob manejo de milho em plantio convencional (solo arado) em pastagem e aos sistemas de manejo recente da fertilidade do solo sob pastagem, observa-se maior valor do EC para o solo sob pastagem. Comparando os valores de 2003 com 2004 verifica-se que em 2004, para todas as amostras, houve incorporação de C (SEGNINI et al., 2005b).

Em estudos anteriores, Fisher et al. (1994) também verificaram que EC de solo sob pastagem de 9 anos de idade é maior que EC no solo sob vegetação nativa de savanas. O maior ganho de C foi registrado nas camadas de solo abaixo de 20 cm.

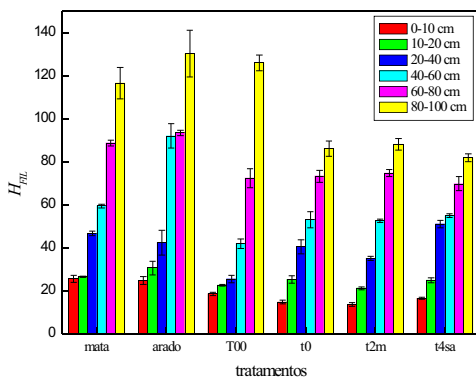
### **Fluorescência Induzida por Laser (FIL)**

Estudos de FIL foram realizados com as amostras de solo intactas. A aplicação da FIL ou de outra técnica espectroscópica tem se tornado bastante eficaz para se estudar a estabilidade da MOS. A Fig. 22 mostra os espectros de fluorescência obtidos para a amostra de solo sob pastagem e com tratamento t2m, em função da profundidade. Os espectros com os outros tratamentos, bem como os correspondentes ao solo arado e mata nativa não serão mostrados, tendo em vista a semelhança dos espectros. Para todas as amostras a intensidade de fluorescência aumenta com o aumento de profundidade.



**Fig. 22.** Espectros característicos da razão intensidade de FIL das amostras de solos coletados em 2004 por C em diferentes sistemas de cultivo sob pastagem com o tratamento: t2m (2 t ha<sup>-1</sup> de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t ha<sup>-1</sup> de calcário).

A Fig. 23 representa os valores de humificação para as amostras de solos coletados em 2004 sob diferentes sistemas de cultivo. Em sistemas sob pastagem observou-se uma diminuição no grau de humificação, se comparado com o sistema arado. Verifica-se também que na superfície, a MOS encontra-se menos humificada para todas as amostras. Já em maiores profundidades houve um aumento no grau de humificação e, portanto, uma maior estabilização da MO (SEGNINI et al., 2005b).



**Fig. 23.** Dados obtidos por FIL em amostras de solos coletados em 2004 sob diferentes sistemas de cultivo sob pastagem: T00 (referência, sem N e calcário); t0 (zero de calcário na superfície, recebendo NK); t2m (2 t ha<sup>-1</sup> de calcário na superfície, com adubação NK, e com reforço anual de 1 t ha<sup>-1</sup> de calcário) e t4sa (4 t ha<sup>-1</sup> de calcário na superfície em parcelas sem NK); além de mata e solo arado (reforma da pastagem).

A partir desses resultados com a FIL, o tratamento T00, sem calagem e adubação, foi superior, ou seja, apresentou maior humificação em relação aos tratamentos adubados, possivelmente por conta do calcário que acelera a oxidação da MOS, embora o N aumente a produção e retorno dessa MO. Pode-se dizer que ocorre grande produção de material orgânico na pastagem, mas a persistência do material parece tornar-se menor quando o calcário é adicionado ao sistema de produção.

A avaliação da capacidade de armazenamento de C no solo parece ter que incluir a análise por FIL, que indica o grau de persistência dessa MO no solo, o que realmente interessa para promover a redução de gases de efeito estufa.

## **Conclusões**

O experimento de rotação cana-de-açúcar/amendoim sob diferentes sistemas de preparo do solo foi avaliado em função dos EC e da estabilidade da MOS. A associação do PD com o sistema de cultura de cana-de-açúcar com colheita sem queima prévia, além de contribuir para a redução das emissões de gases, pode proporcionar o seqüestro de C da atmosfera.

Para as determinações de C nas amostras de solo, optamos por utilizar a técnica de TOC, já que observamos nesta metodologia uma maior sensibilidade e confiabilidade nos resultados. Comparações com outras técnicas foi necessário, já que a literatura apresenta algumas dúvidas em relação ao método mais adequado para a obtenção de resultados confiáveis e satisfatórios, principalmente para a análise de solos com elevados teores de MO (CONCEIÇÃO et al., 1999). Foi observado que não existe diferença expressiva no teor de C entre os diferentes sistemas de plantio analisados. Isto pode ser devido, principalmente, ao experimento ser de curta duração, já que não foi possível observar diferença de acúmulo de C no sistema sob PD, porém seus EC foram maiores.

Devido aos teores elevados de Fe nessas amostras de Latossolos e a necessidade da avaliação da estabilidade da MOS por outros métodos espectroscópicos, fez-se um tratamento com ácido fluorídrico (HF) 10%. A porcentagem de Fe extraído foi de  $(22,90 \pm 6,22)\%$ . Se compararmos com a quantidade de Fe presente na amostra inicial que foi de  $(17,72 \pm 0,21)\%$ , podemos considerar um tratamento eficaz para a retirada de Fe na amostra. Entretanto, ao se fazer análise qualitativa da amostra por Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) observou-se que, apesar da quantificação do RLO, com  $g = 2,003$ , esta ainda continha traços de Fe, com a presença de Fe com simetria rômica ( $g \sim 4,9$ ) e de óxido de ferro ( $Fe_2O_3$ ) em  $g \sim 2$ .

Com o fracionamento físico por tamanho das amostras de solo, observamos o aumento de C em frações mais leves, porém não houve diferenças significativas entre os sistemas de cultivo. Analisando-se a soma dos graus de humificação das frações físicas em função do rendimento obtido e a humificação do solo intacto, obteve-se coeficiente de correlação  $r = 0,81$ .

O outro experimento avaliado foi o de gramíneas sob pastagem animal, sendo que, os resultados obtidos mostraram que ocorreu aumento no conteúdo de C no solo na área sob pastagem. Isso reforça a idéia de que pastagens, como a de capim-braquiária, além de contribuírem para a redução das emissões de gases de efeito estufa, devido ao não revolvimento do solo ou queimadas, podem proporcionar o seqüestro de C da atmosfera, via sistema radicular. Verificou-se uma tendência de aumento de C na camada mais profunda nos tratamentos que receberam calcário, e que pode estar vinculado ao enriquecimento do perfil do solo em Ca, favorecendo assim, o desenvolvimento radicular e a incorporação de C em camadas mais profundas. Os maiores valores de C no tratamento sem adubo e calcário (T00) podem estar relacionados com a maior presença de grama-bataiais, que podem apresentar maior atividade radicular.

As análises qualitativas da MO através da técnica de FIL demonstraram aumento no grau de humificação em maiores profundidades devido à maior estabilização do material. Ainda nesses sistemas sob pastagem, observou-se uma diminuição no grau de humificação, se comparado com o sistema arado. Verifica-se também, que na superfície, a MOS encontra-se menos humificada para todas as amostras. A partir desses resultados com a FIL, o tratamento T00, sem calagem e adubação, foi superior, ou seja, apresentou maior humificação em relação aos tratamentos adubados, provavelmente devido ao fato de que o calcário que acelera a oxidação da MOS, embora o N aumente a produção e retorno dessa MO. Pode-se dizer que ocorre grande produção de material orgânico na pastagem, mas a persistência do material parece tornar-se menor quando o calcário é adicionado ao sistema de produção.

A avaliação da capacidade de armazenamento de C no solo parece ter que incluir a análise por FIL, que indica o grau de persistência dessa MO no solo, o que realmente interessa para promover a redução de gases de efeito estufa.

Práticas como o PD, rotação de culturas, uso de leguminosas, adubação e manejo de pastagens, entre outras, proporcionam efetiva contribuição para um balanço positivo de C. O seqüestro de C pelos sistemas agrícolas deve ser considerado como um ganho adicional, decorrente da utilização de tecnologias adequadas cuja principal finalidade é a de produzir de forma sustentável.

### **Referências bibliográficas**

ATKINS, P.W. **Physical Chemistry**. 6. ed. Oxford: Oxford University Press, 1998. p.503.

BAIRD, C. **Química Ambiental**. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002. 622 p.

BALL, D.F. Loss-on-ignition as an estimate of organic matter and organic carbon in non calcareous soils. **Journal of Soil Science**, London, v. 15, p. 84-92, 1964.

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

BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUCK, J.; SAAB, S. C.; MILORI, D. M. B. P.; BAGNATO, V. S. Tillage and cropping system effects on soil humic acid characteristics as determined by electron spin resonance and fluorescence spectroscopies. **Geoderma**, Amsterdam, v. 105, p. 81-92, 2002.

BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; SAAB, S. C. Diminuição da humificação da matéria orgânica de um cambissolo húmico em plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 27, p. 537-544, 2003.

BAYER, C.; DIEKOW, J. Metodologia para determinação do seqüestro de carbono em solos sob plantio direto no Brasil. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais... Foz do Iguaçu:[Febrapdp]**, 2005. p. 58-62.

BELTRÁN, V.; BLASCO, A.; ESCARDINO, A.; NEGRE, F. Formation of black core during the firing of floor and wall tiles. **Interceram**, Freiburg, v.37, p. 15-21, 1988.

BODDEY, R. M.; ALVES, B. J. R.; OLIVEIRA, O. C. de; URQUIAGA, S. In: LIMA, M. A.; CABRAL, O. M. R.; MIGUEZ, J. D. G.(Eds.). **Mudanças Climáticas Globais e a Agropecuária Brasileira**. Jaguariúna, SP: Embrapa Meio Ambiente, 2001. p. 213-229.

BOLONHEZI, D.; SILVA, E. A.; BRUNINI, O.; MARTINS, A. L. M.; JUSTO, C. L.; COUTINHO FILHO, J. L. V.; PEREZ, R. M.; FERREIRA, W. M.; GENTILIN JR, O.; LA SCALA Jr, N.; MUTTON, M. A. 2005. Emissão de CO<sub>2</sub> no solo nos sistemas convencional, cultivo mínimo e plantio direto de amendoim em rotação com pastagem. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais... Foz do Iguaçu:[Febrapdp]**, 2005. p. 165-167.

BRASIL. Ministério da Ciência e Tecnologia. **Convenção sobre Mudança do Clima - Protocolo de Quioto**. 2002. Disponível em: <<http://www.mct.gov.br/clima/quioto/protocol.htm>>. Acesso em: 05 jul. 2005.

CAMBARDELLA, C. A.; ELLIOTT, E. T.. Methods for physical separation and characterization of soil organic matter fractions. **Geoderma**, Amsterdam, v. 56, p. 449-457, 1993.

CAMPOS, D. V. B.; MACHADO, P. L. O. A.; BRAZ, S. P.; SANTOS, G. A.; LIMA, E.; ALVES, B. J. R.; URQUIAGA, S.; BODDEY, R. Decomposition of soil carbon derived from forest in an ultisol under sugar cane or *Brachiaria* sp. In the Atlantic forest region of Brazil. In: MARTIN-NETO, L.; MILORI, D. M. B. P.; SILVA, W. T. L. da. (Eds.). Humic substances and soil and water environment : 12th International Meeting of IHSS, São Pedro, São Paulo, Brazil, July 25-30, 2004. **proceedings...** São Pedro, SP : Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2004. p. 647-649.

CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A.; RAIJ, B. van. Determinação da matéria orgânica. In: RAIJ, B. van.; ANDRADE, J. C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: IAC, 2001. p. 173-180.

CERDEIRA, A. L.; SOUZA, M.; PESSOA, M. C.; QUEIROZ, S. C.; FERRACINI, V. L.; LANCHOTE, V. L.; BOLONHEZI, D.; FARJANI NETO, C. **Sistemas de Cultivo em Área de Cana e Lixiviação dos Herbicidas do Grupo das Triazinas em Região de Recarga do Aquífero Guarani**. 2004. 35 p. Relatório para Fapesp Projeto 2002/05067-1.

CERRI, C. C.; BERNOUX, M.; CERRI, C. E. P.; FELLER, C. Carbon cycling and sequestration opportunities in South America: the case of Brazil. **Soil use and management**, Oxford, v. 20, p. 248-254, 2004.

CERRI, C. C.; BERNOUX, M.; CERRI, C. E. P.; FEIGL, B. J.; PICCOLO, M. C. Ciclo do Carbono e Efeito Estufa. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais...** Foz do Iguaçu:[Febrapdp], 2005. p. 15-19.

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

CONCEICAO, M. da; MANZATTO, C. V.; ARAUJO, W. S. de; MARTIN NETO, L.; SAAB, S. da C.; CUNHA, T. J. F.; FREIXO, A. A. **Estudo comparativo de métodos de determinação do teor de matéria orgânica em organossolos**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 1999. 5p. (Embrapa Solos. Comunicado Técnico, 2).

DEEN, W.; KATAKI, P. K. Carbon sequestration in a long-term conventional versus conservation tillage experiment. **Soil & Tillage Research**, Amsterdam, v. 74, p. 143-150, 2003.

DICK, D. P.; GONÇALVES, C. N.; DALMOLIN, R. S. D.; KNICKER, H.; KLAMT, E.; KÖGEL-KNABNER, I.; SIMÕES, M. L.; MARTIN-NETO, L. Characteristics of soil organic matter of different Brazilian Ferralsols under native vegetation as a function of soil depth. **Geoderma**, Amsterdam, v. 124, p. 319-333, 2005.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Sistema brasileiro de classificação de solos**. Brasília: Embrapa-SPI, 1999. 412 p.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento de Instrumentação Agropecuária (São Carlos, SP). Débora Marcondes Bastos Pereira Milori, Ladislau Martin-Neto, Carlos Manoel Pedro Vaz, Vanderlei Salvador Bagnato. **Sensor de teor de qualidade da matéria orgânica**. BR n. PI 0106477-0, 2004.

EMBRAPA PECUÁRIA SUDESTE. **Base de dados Meteorológicos**. Disponível em: <<http://www.cppse.embrapa.br/>>. Acesso em 25 jul. 2005.

FEDERAÇÃO BRASILEIRA DE PLANTIO DIRETO NA PALHA. **Área de Plantio Direto no Brasil**. Disponível em: <<http://www.febrapdp.org.br>>. Acesso em: 26 fev. 2005.

FISHER, M. J.; RAO, I. M.; AYARZA, M. A.; LASCANO, C. E.; SANZ, J. I.; THOMAS, R. J.; VERA, R. R. Carbon storage by introduced deep rooted grasses in the South American savannas. **Nature**, London, n. 6494, p. 236-237, 1994.

FLORES, J. P. C. **Atributos de solo e rendimento de soja em um sistema de integração lavoura-pecuária com diferentes pressões de pastejo em plantio direto com aplicação de calcário na superfície**. 2004. 74 f. Dissertação (Mestrado em Ciências do Solo) - Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

GONÇALVES, C. N.; DALMOLIN, R. S. D.; DICK, D. P.; KNICKER, H.; KLAMT, E.; KÖGEL-KNABNER, I. The effect of 10% HF treatment on the resolution of CPMAS <sup>13</sup>C NMR spectra and on the quality of organic matter in Ferralsols. **Geoderma**, Amsterdam, v. 116, p. 373-392, 2003

GONZÁLEZ-PÉREZ, M.; MARTIN-NETO, L.; SAAB, S.C.; NOVOTNY, E.H.; MILORI, D.M.B.P.; BAGNATO, V. S.; COLNAGO, L.A.; MELO, W.J.; KNICKER, H. Characterization of humic acids from a Brazilian Oxisol under different tillage systems by EPR, <sup>13</sup>C NMR, FTIR and Fluorescence spectroscopy. **Geoderma**, Amsterdam, v. 118, p. 181-190, 2004.

GREGORICH, E. G.; ELLERT, B. H. Light fraction and macroorganic matter in mineral soils. In: CARTER, M. R. (Ed.). **Soil sampling and methods of analysis**. Boca Raton: Lewis, 1993. p. 397-407.

HUFFMAN JR., E. W. D.; STUBER, H. A. Analytical methodology for elemental analysis of humic substances. In: AIKEN, G. R.; McKNIGHT, D. M.; WERSHAW, R. L.; MacCARTHY, P. (Eds.). **Humic Substances in soil, sediment and water: Geochemistry, isolation and characterization**. New York: John Wiley, 1985. p. 433-455.



IPCC - Intergovernmental Panel on Climate Change. **Climate Change**: the scientific basis. Third Assessment Report, 2001. Disponível em: <<http://www.ipcc.ch/press/pr.htm>> . Acesso em: 23 maio 2005.

JACKSON, M. L. **Análisis químico de suelos**. Barcelona: Ediciones Omega, 1982. p.282-309.

JARECKI, M. K.; LAL, R. Soil organic carbon sequestration rates in two long-term no-till experiments in Ohio. **Soil Science**, Baltimore, v. 170, p. 280-291, 2005.

JIMENEZ, R. R.; LADHA, J. K. Automated elemental analysis: a rapid and reliable but expensive measurement of total carbon and nitrogen in plant and soil samples. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New york, v. 24, n. 15-16, p. 1897-1924, 1993.

KALBITZ, K.; GEYER, W.; GEYER, S. Spectroscopic properties of dissolved humic substances a reflection of land use history in a fen area. **Biogeochemistry**, Dordrecht, v. 47, p. 219-238, 1999.

KLEBER, M.; MERTZ, C.; ZIKELI, S.; KNICKER, H.; JANH, R. Changes in surface reactivity and organic matter composition of clay subfractions with duration of fertilizer deprivation. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 55, n. 2, p. 381-391, 2004.

LAL, R. Soil process and the greenhouse effect. In: LAL, R.; BLUM, W. H.; VALENTINE, C.; STEWART, B. A. (Eds.). **Methods for assessment of soil degradation**. Boca Raton: CRC Press, 1998. p. 199-212.

LEIFELD, J.; KOGEL-KNABNER, I.. Soil organic matter fractions as early indicators for carbon stock changes under different land use?. **Geoderma**, Amsterdam, v. 124, n. 1-2, p. 143-155, 2005.

MACHADO, P. L. O. A. Carbono no solo e a mitigação da mudança climática global. **Química Nova**, São Paulo, v. 28, n. 2, p. 329-334, 2005.

MARTIN-NETO, L.; ANDRIULO, A. E.; TRAGHETTA, D. Effects of cultivation on ESR spectra of organic matter from soil size fractions of a mollisol. **Soil Science**, Baltimore, v. 157, p. 365-372, 1994.

McCARTY, G.; DE-POLLI, H. United States-Brazil collaboration heats up. **Agricultural Research Magazine**, Beltsville, v. 53, n. 4, p. 14-15, abr. 2005. Disponível em: <<http://www.ars.usda.gov/is/AR/archive/apr05/usbrazil0405.pdf>> . Acesso em: 23 maio 2005.

MILORI, D. M. B. P.; MARTIN-NETO, L.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; BAGNATO, V. S. Humification degree of soil humic acids determined by fluorescence spectroscopy. **Soil Science**, Baltimore, v. 167, n. 11, p. 739-749, 2002.

MILORI, D. M. B. P.; GALETI, H. V. A.; MARTIN-NETO, L.; BAYER, C.; SALTON, J.; GONZÁLEZ-PERÉZ, M. MARTIN-NETO, L. ; MILORI, D. M. B. P. ; SILVA, W. T. L. da (Eds.). Humic substances and soil and water environment : 12th International Meeting of IHSS, São Pedro, São Paulo, Brazil, July 25-30, 2004. **Proceedings...** São Pedro, SP : Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2004. p. 609-611.

MILORI, D. M. B.P.; GALETI, H. V. A.; MARTIN-NETO, L.; DIECKOW, J.; GONZÁLEZ-PERÉZ, M.; BAYER, C.; SALTON, J. Organic matter study of whole soil samples using laser-induced fluorescence spectroscopy. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, 2005. no prelo.

MIMMO, T.; REEVES, J. B.; McCARTY, G. W.; GALLETI, G. Determination of biological measures by mid-infrared diffuse reflectance spectroscopy in soils within a landscape. **Soil Science**, Baltimore, v. 167, n. 4, p. 281-287, 2002.

MIYAZAWA, M.; PAVAN, M. A.; OLIVEIRA, E. L.; IONASHIRO, M.; SILVA, A. K. Gravimetric determination of soil organic matter. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v. 43, n. 5, p. 475-478, 2000.

NOGUEIRA, S.; LOPES, R. J. Protocolo de Kyoto começa a vigorar hoje. **Folha de S. Paulo**, São Paulo, 16 fev. 2005. Folha Ciência, p. A15-16.

NOVOTNY, E. H. **Estudos espectroscópicos e cromatográficos de substâncias húmicas de solos sob diferentes sistemas de preparo**. 2002. 215 f. Tese (Doutorado) - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.

PILLON, C. N. **Alterações no conteúdo e qualidade da matéria orgânica do solo induzidas por sistemas de cultura em plantio direto**. 2000. 232 f. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) - Faculdade Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

PILLON, C. N.; MIELNICZUK, J.; LOVATO, T.; MARTIN-NETO, L. Seqüestro de carbono por sistemas de manejo do solo e seus reflexos sobre o efeito estufa. In: ENCONTRO BRASILEIRO DE SUBSTÂNCIAS HÚMICAS, 4., 2001, Viçosa, MG. **Anais...** Viçosa: UFV, Departamento de Solos, 2001.

POOLE, C. P.; FARACH, H. A. **Theory of magnetic resonance**. New York: Wiley-Interscience, 1972. 384 p.

PRIMAVESI, O.; PRIMAVESI, A. C. P. de A.; PEDROSO, A. de F.; CAMARGO, A. C. de; RASSINI, J. B.; ROCHA FILHO, J.; OLIVEIRA, G. P. de; CORREA, L. de A.; ARMELIN, M. J. A.; VIERIA, S. R.; DECHEN, S. C. F. **Microbacia hidrográfica do Ribeirão Canchim: um laboratório real de laboratório ambiental.** São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 1999. 133 p. (Embrapa Pecuária Sudeste. Boletim de Pesquisa, 5.

PRIMAVESI, O.; PRIMAVESI, A. C.; CORREA, L. de A.; ARMELIN, M. J. A.; FREITAS, A. R. de F. **Calagem em pastagem de *Brachiaria decumbens* recuperada com adubação nitrogenada em cobertura.** São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2004. 32 p. (Embrapa Pecuária Sudeste. Circular Técnica, 37.

PUGET, P.; LAL, R. Soil organic carbon and nitrogen in a Mollisol in central Ohio as affected by tillage and land use. **Soil & Tillage Research**, Amsterdam, v. 80, p. 201-213, 2005.

RAIJ, B. van.; ANDRADE, J. C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais.** Campinas: IAC, 2001. 285 p.

REZENDE, C. D. P.; CANTARUTTI, R. B.; BRAGA, J. M.; GOMIDE, J. A.; PEREIRA, J. M.; FERREIRA, E.; TARRÉ, R. M.; MACEDO, R. O.; ALVES, B. J. R.; URQUIAGA, S.; CADISH, G.; GILLER, K.; BODDEY, R. M. Litter deposition and disappearance in *Brachiaria* pastures in the Atlantic forest region of the South of Bahia, Brazil. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, Dordrecht, v. 54, n. 2, p. 99-112, 1999.

ROSCOE, R.; MACHADO, P. L. O. de A. **Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica.** Dourados: Embrapa Agropecuária Oeste; Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002. 86 p.

SÁ, J. C. M.; CERRI, C. C.; DICK, W. A.; LAL, R. Plantio direto: recupera a matéria orgânica do solo e reduz a emissão de CO<sub>2</sub> para a atmosfera. **Revista do Plantio Direto**, Passo fundo, p. 41-45., set./out. 2000.

SÁ, J. C. M.; CERRI, C. C.; PICCOLO, M. C.; FEIGL, B. E.; BUCKNER, J. FORNARI, A.; SÁ, M. F. M.; SEGUY, L.; BOUZINAC, S.; VENZKE-FILHO, S. P.; PAULLETI, V. Ciclo do Carbono e Efeito Estufa. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais...** Foz do Iguaçu:[Febrapdp], 2005. p. 81-89.

SALTON, J. C. Potencial de seqüestro de carbono em sistemas de produção envolvendo pastagens e agricultura sob plantio direto. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais...** Foz do Iguaçu:[Febrapdp], 2005. p. 44-52.

SEGNINI, A.; SIMÕES, M. L.; SILVA, W. T. L.da; MILORI, D. M. B. P.; GALETI, H. V. A.; CERDEIRA, A. L.; BOLONHEZI, D.; MARTIN-NETO, L. Evaluation of carbon sequestration in Brazilian area of sugar-cane under different tillage systems. In: MARTIN-NETO, L.; MILORI, D.M.B.P.; SILVA, W.T.L.da. (Eds). Humic substances and soil and water environment : 12th International Meeting of IHSS, São Pedro, São Paulo, Brazil, July 25-30, 2004. **Proceedings...** São Pedro, SP : Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2004a. p. 14-16.

SEGNINI, A.; MARTIN-NETO, L.; MILORI, D. M. B. P.; SILVA, W. T. L.da.; BOLONHEZI, D.; CERDEIRA, A. L. **Uso de métodos espectroscópicos para avaliar o seqüestro de carbono em área de rotação de culturas cana-de-açúcar / amendoim sob diferentes sistemas de plantio.** São Carlos, SP: Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2004b. 5p. (Embrapa Instrumentação Agropecuária. Comunicado Técnico, 62).

SEGNINI, A.; MILORI, D. M. B. P.; SILVA, W. T. L.da; CERDEIRA, A. L.; BOLONHEZI, D.; MARTIN-NETO, L. Seqüestro de carbono em área de rotação de culturas cana-de-açúcar / amendoim sob diferentes sistemas de plantio. In: SIMPÓSIO SOBRE PLANTIO DIRETO E MEIO AMBIENTE, 2005, Foz do Iguaçu. Seqüestro de Carbono e Qualidade da Água. **Anais...** Foz do Iguaçu:[Febrapdp], 2005a. p. 147-149.

SEGNINI, A.; MILORI, D. M. B. P.; SILVA, W. T. L. da; PRIMAVESI, O.; MARTIN-NETO, L.. Avaliação da estabilidade e seqüestro de carbono em área de pastagem de *Brachiaria decumbens*. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 30., 2005, Recife. **Anais...** Recife: SBCS: Embrapa Solos - UEP Recife: UFRPE, 2005b. [CD-Rom].

SENESI, N.; MIANO, T. M.; PROVENZANO, M. R., BRUNETTI, G. Characterization, differentiation and classification of humic substances by fluorescence spectroscopy. **Soil Science**, Baltimore, v. 152, p. 259-271, 1991.

SINGER, L. S. Synthetic Ruby as a Secondary Standard for the Measurement of Intensities in Electron Paramagnetic Resonance. **Journal of Applied Physiology**, Bethesda, v. 30, p. 1463-1464, 1959.

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

SKOOG, D. A.; HOLLER, J.; NIEMAN, T. **Princípios de Análise Instrumental**, 5. ed. Porto Alegre, Bookman, 2002. 836 p.

SOLID Sample Module-5000A for TOC-V serie total organic carbon analysers: user manual. Kyoto: Shimadzu, 2001. 1v. (TOC-V série).

SPEROW, M.; EVE, M.; PAUSTIAN, K. Potential soil C sequestration on US agricultural soils. **Climatic Change**, Dordrecht, v. 53, n. 3, p. 319-339, 2003.

STEVENSON, F. J. **Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions**. 2. ed. New York: Wiley, 1994. 496 p.

TANNER, C. B.; JACKSON, M. L. Nomographs of sedimentation times for soil particles under gravity or centrifugal acceleration. **Soil Science Society Proceedings of America**, Madison, p. 60-65, 1947.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v. 37, p. 29-38, 1934.

ZSOLNAY, A.; BAIGAR, E.; JIMENEZ, M.; STEINWEG, B.; SACCOMANDI, F. Differentiating with fluorescence spectroscopy the sources of dissolved organic matter in soils subjected to drying. **Chemosphere**, Oxford, v. 38, n. 1, p. 45-50, 1999.