



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Centro Nacional de Pesquisa de Solos  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

ISSN 1678-0892

Dezembro, 2005

## ***Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento 85***

### **Avaliação de metodologias para a determinação do teor de carbono e de matéria orgânica em fertilizantes líquidos à base de ácidos húmicos**

*Vinícius de Melo Benites  
Danielle Xanchão Dominguez  
Rondinele de Oliveira Moutta  
Janáina Ribeiro*

Rio de Janeiro, RJ  
2005

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

**Embrapa Solos**

Rua Jardim Botânico, 1.024 Jardim Botânico. Rio de Janeiro, RJ

Fone:(21) 2179.4500

Fax: (21) 2274.5291

Home page: [www.cnps.embrapa.br](http://www.cnps.embrapa.br)

E-mail (sac): [sac@cnps.embrapa.br](mailto:sac@cnps.embrapa.br)

**Supervisor editorial:** *Jacqueline Silva Rezende Mattos*

**Normalização bibliográfica:** *Marcelo Machado de Moraes*

**Revisão de Português:** *André Luiz da Silva Lopes*

**Editoração eletrônica:** *Pedro Coelho Mendes Jardim*

**1ª edição**

1ª impressão (2005): Online

**Todos os direitos reservados.**

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

---

Benites, Vinícius de Melo.

Avaliação de metodologias para a determinação do teor de carbono e de matéria orgânica em fertilizantes líquidos à base de ácidos húmicos [recurso eletrônico] / Vinícius de Melo Benites ... [et al.]. -- Dados eletrônicos. -- Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2005.

(Boletim de pesquisa e desenvolvimento / Embrapa Solos, ISSN 1678-0892 ; 85)

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Modo de acesso: <<http://www.cnps.embrapa.br>>.

1. Fertilizantes líquidos. 2. Ácidos Húmicos. I. Dominguez, Danielle Xanchão. II. Moutta, Rondinele de Oliveira. III. Ribeiro, Janaína. IV. Embrapa Solos. V. Título. VI. Série.

CDD (21. ed.) 668.62

# Sumário

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introdução .....</b>                                   | <b>5</b>  |
| <b>Material e métodos .....</b>                           | <b>6</b>  |
| Descrição das amostras .....                              | 6         |
| Densidade, umidade e sólidos totais .....                 | 7         |
| Matéria orgânica .....                                    | 7         |
| Carbono orgânico .....                                    | 7         |
| Carbono total .....                                       | 8         |
| Análises estatísticas .....                               | 8         |
| <b>Resultados e Discussão .....</b>                       | <b>9</b>  |
| Densidade, umidade e sólidos totais .....                 | 9         |
| Matéria orgânica por calcinação .....                     | 10        |
| Carbono orgânico .....                                    | 11        |
| Carbono total .....                                       | 12        |
| Determinação do número de repetições de cada método ..... | 13        |
| <b>Conclusões .....</b>                                   | <b>19</b> |
| <b>Referências Bibliográficas .....</b>                   | <b>20</b> |

## Introdução

O emprego agrícola de produtos à base de ácidos húmicos como fertilizantes orgânicos, condicionadores de solo e estimuladores fisiológicos tem crescido bastante nas últimas décadas em todo o mundo e, mais recentemente, no Brasil. Estes produtos são registrados no Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) nas categorias fertilizantes orgânicos, fertilizantes organominerais e condicionadores de solos, segundo o Decreto 86.955 de 1982. Contudo, após a elaboração de tal decreto, uma série de novos produtos surgiram no mercado e mesmo com a edição de portarias adicionais ao decreto, uma série de problemas tem ocorrido pelo não enquadramento de alguns produtos e pela falta de normas específicas para avaliação destes.

As normas atualmente em vigor para fertilizantes orgânicos e organominerais tratam superficialmente de atributos como teores de matéria orgânica e umidade, sem se referir a atributos que indiquem a qualidade agronômica destes produtos como, por exemplo, reatividade (CTC), teores de ácidos húmicos, grau de humificação e solubilidade da matéria orgânica. Independentemente da ação do produto e de seu objetivo de uso, o mesmo tem que se enquadrar em regras formuladas para fertilizantes orgânicos, quando na realidade estes produtos não têm a função de fertilizantes e sim a de condicionadores de solo ou de estimuladores fisiológicos. Entre os produtos disponíveis no mercado, existe, por exemplo, uma série de produtos que têm como foco a ação fisiológica sobre as plantas, efeito este impossível de ser avaliado pelas normas atuais. Desta forma, consideramos urgente uma reorganização da lei que rege o registro destes produtos, identificando diferentes categorias de produtos e determinando normas específicas para estes grupos, direcionadas à sua função agrícola. Tal reestruturação permitirá que novas tecnologias sejam reconhecidas e devidamente valorizadas, e evitará que produtos de baixa eficiência se aproveitem das falhas existentes na legislação atual, competindo com produtos de qualidade comprovada.

Este trabalho tem como objetivo avaliar diferentes metodologias para a determinação dos teores de carbono e de matéria orgânica em fertilizantes orgânicos líquidos à base de ácidos húmicos, observando-se o coeficiente de variação de cada método e o número mínimo de repetições necessárias para a obtenção de um resultado confiável. A determinação de padrões e desvios para os diferentes atributos avaliados para o controle de processos e avaliação da variabilidade entre lotes do produto Vitaplus<sup>®</sup> é também objetivo deste trabalho.

## Material e métodos

### Descrição das amostras

Foram selecionadas amostras de 18 lotes de produção do fertilizante organomineral líquido Vitaplus® para a avaliação dos valores médios e do coeficiente de variação entre lotes de atributos determinados por diferentes métodos. Vitaplus® é um produto comercial obtido a partir da extração alcalina de turfa, com adição complementar de nitrogênio na forma de sais. Amostras de 200 mL foram tomadas a partir de lotes de 4000 L de produto comercial, imediatamente antes do envasamento do produto, durante o ano de 2004. Foram registrados os números dos lotes e a data de fabricação, e armazenadas contra-provas de mesmo tamanho e teor (Quadro 1). Para a verificação do coeficiente de variação em uma única amostra, e determinação do número mínimo de repetições necessárias para obtenção de cada atributo, foram tomadas dez sub amostras da amostra D20, cujas características melhor refletiram os resultados médios entre os lotes avaliados.

**Quadro 1.** Descrição dos lotes de onde foram obtidas as amostras do fertilizante organomineral líquido Vitaplus, utilizado como amostra teste neste trabalho.

| Código laboratório | Lote       | Data de produção |
|--------------------|------------|------------------|
| D01                | M131026/04 | 28/11/04         |
| D03                | M130765/04 | 16/09/04         |
| D04                | M131165/04 | 30/12/04         |
| D05                | M131155/04 | 29/12/04         |
| D06                | M131051/04 | 12/7/2004        |
| D07                | M131147/04 | 27/12/2004       |
| D08                | M130937/04 | 11/4/2004        |
| D10                | M130903/04 | 28/03/04         |
| D11                | M130154/04 | 3/3/2004         |
| D12                | M131124/04 | 23/12/04         |
| D13                | M131120/04 | 1/12/2004        |
| D14                | M130854/04 | 26/10/04         |
| D15                | M130125/04 | 16/02/04         |
| D16                | M130996/04 | 22/11/04         |
| D17                | M130067/04 | 2/4/2004         |
| D18                | M131160/04 | 30/12/04         |
| D19                | M130579/04 | 15/07/04         |
| D20                | M130712/04 | 26/08/04         |

## Densidade, umidade e sólidos totais

A densidade foi determinada pela pesagem de um volume de 5 mL de produto comercial em cadinhos de porcelana e em frascos plásticos de 15 mL. O teor de sólidos totais foi determinado gravimetricamente como o resíduo após a secagem por dois métodos: secagem em estufa a 65 °C por 48 h em cadinhos de porcelana e secagem por liofilização por 48 h em frascos plásticos de 15 mL (Liofilizador LABCONCO). O teor de umidade foi calculado pela diferença entre o peso total de produto e o teor de sólidos totais.

## Matéria orgânica

Foi determinado o teor de matéria orgânica por calcinação, segundo metodologia para análise de fertilizantes e corretivos adotada pelo MAPA (Brasil, 1988), utilizando uma alíquota de 5 mL de produto comercial. Previamente à calcinação, o produto foi seco em estufa a 65 °C por 48 h. O teor de matéria orgânica foi expresso em gramas de matéria orgânica por litro de produto comercial ( $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) e em gramas de matéria orgânica por kilograma de produto comercial ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ ), sempre em base úmida.

## Carbono orgânico

O teor de carbono orgânico foi determinado em quatro repetições, por oxidação com dicromato em meio ácido, utilizando método adaptado de Yeomans & Bremner (1988). Foi preparada uma solução contendo 5 mL de produto comercial e 45 mL de água destilada. Esta diluição foi necessária considerando-se que a alta viscosidade do produto dificultou a retirada de alíquotas menores com o uso de pipetas automáticas, devido ao entupimento das ponteiros e entrada de bolhas de ar. A partir da solução diluída (1:10) foi retirada uma alíquota de 1 mL que foi transferida para um tubo de digestão. Adicionou-se ao tubo 5 mL de solução de dicromato de potássio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )  $0,1667 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  (correspondente a  $1 \text{ mol}_c \cdot \text{L}^{-1}$ ) e 5 mL de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado. Os tubos foram colocados em bloco digestor pré aquecido a 140°C, e após 30 minutos foram retirados e colocados sob capela para resfriamento. Três provas em branco (Baq) contendo a solução de dicromato, ácido sulfúrico e 1 mL de água destilada foram submetidas ao mesmo processo de aquecimento. O conteúdo dos tubos foi quantitativamente transferido para frascos erlenmeyer de 125 mL, completando-se o volume para cerca de 75 mL com água destilada. Adicionou-se 5 gotas de indicador de Ferroin e titulou-se com sulfato ferroso amoniacal ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )  $0,25 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  (correspondente a  $0,25 \text{ mol}_c \cdot \text{L}^{-1}$ ). A solução de sulfato ferroso amoniacal (SFA) teve sua concentração padronizada pela titulação de três provas em branco sem aquecimento (Bf). O

resultado de carbono orgânico foi expresso em gramas de carbono por litro de produto comercial. Para os cálculos foram utilizadas as seguintes fórmulas (Yeomans & Bremner, 1988):

$$\text{COT (g . L}^{-1}\text{)} = (\text{A}) \times \text{SFA} \times 12/4 \times 10$$

Sendo:

$$\text{A} = ((\text{Vbaq} - \text{Vam}) \times (\text{VBf} - \text{Vbaq}) / \text{VBf}) + (\text{Vbaq} - \text{Vam})$$

**Vbaq** - volume de SFA gasto na titulação da prova em branco aquecida

**Vam** - volume de SFA gasto na titulação da amostra

**VBf** - volume de SFA gasto na titulação da prova em branco fria

**SFA** - concentração da solução de sulfato ferroso amoniacal

**12/4** - relação de equivalência do carbono P.M. = 12, e oxidação de valência 0 (valência média do carbono em substâncias húmicas) para valência + 4 (valência do carbono no CO<sub>2</sub>)

**10** - fator de diluição da solução de trabalho

## Carbono total

O teor de carbono total foi determinado por analisador elementar Perkin Elmer CHNS 2400 em amostras sólidas, obtidas após a liofilização do produto comercial. Nesta análise foram utilizados 5 mg de produto liofilizado, homogeneizado por moagem manual em gral de ágata.

## Análises estatísticas

Com o objetivo de verificar a influência do número de repetições na eficiência dos métodos de medição acima citados, simulou-se o efeito de diferentes números de repetições sobre a precisão de cada método, avaliada por meio dos parâmetros coeficiente de variação (CV%) e erro padrão da média. Deste modo, tentou-se estabelecer um número ideal de medições que devem ser realizadas por cada método, de modo que haja, além de precisão nas medições, redução nos custos das análises, uma vez que cada medição é dispendiosa.

## Resultados e Discussão

### Densidade, umidade e sólidos totais

Os valores de densidade, medidos tanto nos cadinhos como nos frascos plásticos, apresentaram coeficientes de variação entre lotes de 2%, sendo a média dos valores determinados nos potes plásticos ( $1,15 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) ligeiramente superior à média determinada em cadinhos de porcelana ( $1,12 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) (Quadro 2).

**Quadro 2.** Valores de densidade, umidade e sólidos totais para dez repetições de amostras de um único lote do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| repetição | Umidade (%)       |                  | Sólidos Totais (%) |                  | Densidade         |                  |
|-----------|-------------------|------------------|--------------------|------------------|-------------------|------------------|
|           | Liof <sup>1</sup> | Cad <sup>2</sup> | Liof <sup>1</sup>  | Cad <sup>2</sup> | Liof <sup>1</sup> | Cad <sup>2</sup> |
| 1         | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1732            | 1,1645           |
| 2         | 58,2              | 58,7             | 41,8               | 41,3             | 1,1714            | 1,1683           |
| 3         | 58,3              | 58,6             | 41,7               | 41,4             | 1,1653            | 1,1623           |
| 4         | 58,4              | 58,7             | 41,6               | 41,3             | 1,1742            | 1,1770           |
| 5         | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1668            | 1,1665           |
| 6         | 58,0              | 58,7             | 42,0               | 41,3             | 1,1732            | 1,1675           |
| 7         | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1613            | 1,1665           |
| 8         | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1698            | 1,1720           |
| 9         | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1722            | 1,1588           |
| 10        | 58,4              | 58,7             | 41,6               | 41,3             | 1,1670            | 1,1671           |
| média     | 58,3              | 58,7             | 41,7               | 41,3             | 1,1694            | 1,1670           |
| desvio    | 0,1               | 0,0              | 0,1                | 0,0              | 0,0042            | 0,0050           |
| CV        | 0,2%              | 0,1%             | 0,3%               | 0,1%             | 0,4%              | 0,4%             |

A umidade determinada pelo método da estufa apresentou correlação positiva e significativa com a umidade determinada pelo método do liofilizador (Figura 1). Foram encontrados valores médios de 58,80% e 58,74% de umidade pelos métodos da estufa e do liofilizador, respectivamente (Quadro 2). O coeficiente de variação entre lotes foi de 6% para ambos os métodos. O teor de sólidos totais apresentou valores médios de 41,20% e 41,26% pelos métodos da estufa e do liofilizador, respectivamente, e o coeficiente de variação entre lotes de 8% para ambos os métodos. O método do liofilizador foi utilizado, pois se esperava a presença significativa de compostos voláteis a temperaturas abaixo de 65°C, fato este que não foi observado.



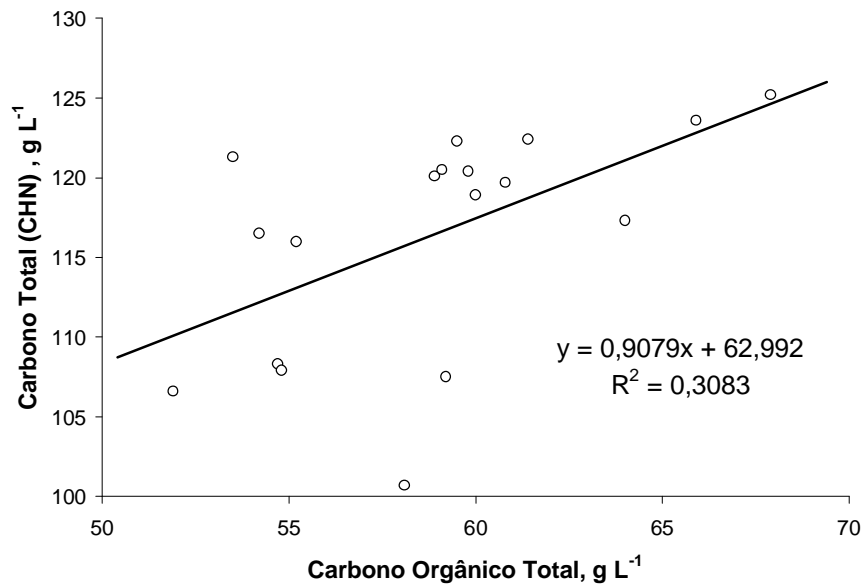


Fig. 1 - Correlação da umidade determinada pelo método da estufa e pelo método do liofilizador.

### Matéria orgânica por calcinação

O teor de matéria orgânica determinado por calcinação apresentou coeficiente de variação entre lotes de 7% para valores apresentados em base gravimétrica ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ ) e de 8% para valores apresentados em base volumétrica ( $\text{g} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) (Quadro 2). Os teores médios de matéria orgânica foram de  $337,4 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$  e  $378,6 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ . A matéria orgânica determinada por calcinação representou, em média, 82,42% dos sólidos totais, restando um resíduo de coloração branca após a queima. Observa-se que várias substâncias, inclusive minerais, perdem peso por calcinação a temperaturas superiores a  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  (Goldin, 1987). Logo, a utilização do método de calcinação, para a avaliação do conteúdo de matéria orgânica em amostras de fertilizantes orgânicos, deve ser considerado com cautela. O MAPA eliminou a exigência deste atributo na Instrução Normativa nº23/2005, substituindo-o pela determinação de carbono orgânico pelo método de oxidação via úmida (Brasil, 2006).

## Carbono orgânico

O método de determinação do carbono orgânico apresentou um coeficiente de variação de 3% entre amostras de um único lote (lote D20) (Quadro 6) e um coeficiente de variação médio de 5% entre as três repetições aplicadas aos diferentes lotes (Quadro 7). Esses coeficientes de variação são compatíveis com os encontrados para diferentes métodos de medição de carbono orgânico em amostras de solos (Dias et al. 1991; Perez et al. 2001).

Em média, os diferentes lotes apresentaram teor de carbono de  $58,8 \text{ g C} \cdot \text{L}^{-1}$  de produto comercial, com um coeficiente de variação de 7% entre os lotes (Quadro 7). Este valor é ligeiramente inferior ao valor de  $60 \text{ g C} \cdot \text{L}^{-1}$  estabelecido pelo MAPA para fertilizantes orgânicos fluídos, porém está dentro das normas considerando o limite de tolerância de 10%.

Vários contaminantes podem subestimar ou superestimar o teor de carbono oxidável, determinado pelos métodos dicromatômicos, entre estes, o teor de cloretos, metais na forma reduzida ( $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Mn}^{2+}$ ), além de formas reduzidas de N e S (Nelson & Sommer, 1982). Ao utilizar metodologias desenvolvidas para solos, aonde estes contaminantes geralmente ocorrem em teores desprezíveis, para determinação de carbono em amostras de outra natureza (ex. fertilizantes), todo o cuidado deve ser tomado na interpretação dos valores obtidos. No caso do produto Vitaplus, cabe lembrar que é um produto obtido a partir da extração de turfa, que por sua vez é um ambiente rico em formas reduzidas de Fe e Mn. No processo de determinação de carbono orgânico, o  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Mn}^{2+}$  podem ser oxidados no lugar da matéria orgânica e, portanto, superestimando o teor de carbono determinado.

Outra limitação deste método diz respeito às considerações utilizadas no cálculo final do teor de carbono. Os métodos dicromatômicos partem do pressuposto que na matéria orgânica do solo a valência média é 0 (zero), e que a transição do estado natural para o estado de máxima oxidação ( $\text{CO}_2$ ) é de 4. Portanto, nos cálculos é usado o valor  $12/4 = 3$ , que é o peso molecular do carbono dividido pela valência, ou elétrons envolvidos na reação de oxidação. De fato, no caso de substâncias húmicas extraídas de solos minerais bem drenados, a valência média do carbono é em torno de zero (Stevenson, 1994). Contudo, em alguns compostos orgânicos de baixo peso molecular, originados de tratamentos anaeróbicos (ex. ácido acético), a valência do carbono é menor que zero. Neste caso, os métodos dicromatômicos irão superestimar o teor de carbono da amostra. No caso opo-

to, quando a amostra é rica em compostos parcialmente oxidados (ex. pirogalol), a valência do carbono é maior que zero e logo o teor de carbono orgânico será subestimado pelo método.

### **Carbono total**

O método de combustão a seco utilizado pelo analisador elementar apresentou para os teores de carbono coeficientes de variação menores que o método dicromatométrico (Quadro 8). Este método é utilizado como método de referência justamente devido a sua grande precisão e acurácia (Nelson & Sommers, 1982). Para uma mesma amostra em cinco repetições, o coeficiente de variação foi de 0,2%, enquanto que o coeficiente de variação entre os lotes foi de 6 %. A maior variação entre lotes pode ter sido influenciada pelo pequeno tamanho da amostra (em torno de 5 mg). Neste caso é recomendável uma perfeita homogeneização da amostra antes da retirada da alíquota de análise.

Em termos de valores médios, a análise elementar apresentou valores 98% superiores aos valores determinados pelo método dicromatométrico. O método da análise elementar computa não somente o carbono orgânico, mas também carbono na forma inorgânica. Contudo, no produto analisado não se espera um teor significativo de carbono inorgânico, uma vez que não são utilizados carbonatos, e nem espera que sejam formados esses compostos, em virtude do processo industrial utilizado. A causa mais provável para essa grande diferença está relacionada à presença de formas de carbono recalcitrantes, as quais são determinadas pela combustão a seco (o forno atinge a temperatura de 925 °C) e que não são oxidadas pelo dicromato. Dessa forma, a escolha do método de determinação de carbono deve ser melhor analisada considerando-se a grande quantidade de produtos a base de forma de carbono de alta recalcitrância (ex. turfas, linhito, carvões, antracito, etc) disponíveis no mercado.

Embora tenha sido observada uma tendência de correlação entre o carbono total (CHN) e o carbono orgânico, entre as amostras dos diferentes lotes (figura 1), essa correlação não foi significativa. Provavelmente essa não correlação seja devido aos erros dos métodos, uma vez que os valores absolutos apresentaram baixo coeficiente de variação. Contudo, deve ser considerada a possibilidade de variação entre lotes de forma não homogênea, das formas de carbono oxidáveis e de carbono de alta recalcitrância. Fatores de produção como filtragem e centrifugação podem influenciar nas proporções entre esses dois compartimentos de matéria orgânica.

A matéria orgânica determinada por calcinação apresentou correlação positiva e significativa com o carbono total, mas não apresentou correlação com o carbono orgânico total (figura 2). Esse resultado sugere que as formas de carbono de maior recalcitrância são computadas na análise de matéria orgânica por calcinação, e contribuem significativamente sobre seus valores absolutos. Provavelmente as formas de carbono mais ativas estão restritas ao carbono orgânico total e essa técnica pode ser mais sensível para indicar a qualidade de um fertilizante orgânico. Contudo, diversos trabalhos têm mostrado a importância de formas recalcitrantes de carbono sobre propriedades do solo e sobre o desenvolvimento de plantas, e esse compartimento não deve ter sua importância desprezada (Glaser et al. 2001).

O coeficiente de regressão entre matéria orgânica e carbono total apresentou um valor próximo a 3,6 (Figura 2 A), muito superior ao valor de 1,8 adotado pelo MAPA para conversão de carbono em matéria orgânica. Esse resultado sugere que grande parte do material perdido por calcinação é de natureza inorgânica, provavelmente minerais de baixa cristalinidade e sais hidratados.

### **Determinação do número de repetições de cada método**

Pelos resultados em negrito no Quadro 8, observa-se que os menores coeficientes de variação foram proporcionados quando se considerou 2 repetições para todas as variáveis que apresentavam inicialmente 10 repetições. Estes resultados indicam que 2 repetições são suficientes para garantir a eficiência do método de medição. Porém, os erros padrão foram maiores no caso de 2 repetições (valores em negrito), para todas as variáveis, encontrando-se uma diferença máxima nos erros padrão de 58% quando se passou de 10 para 2 repetições. Contudo, mesmo com apenas duas repetições, o erro padrão se manteve muito abaixo dos limites de tolerância exigidos pelo MAPA para as variáveis analisadas e, portanto, recomenda-se apenas duas repetições de determinação para os métodos analíticos apresentados no Quadro 8.

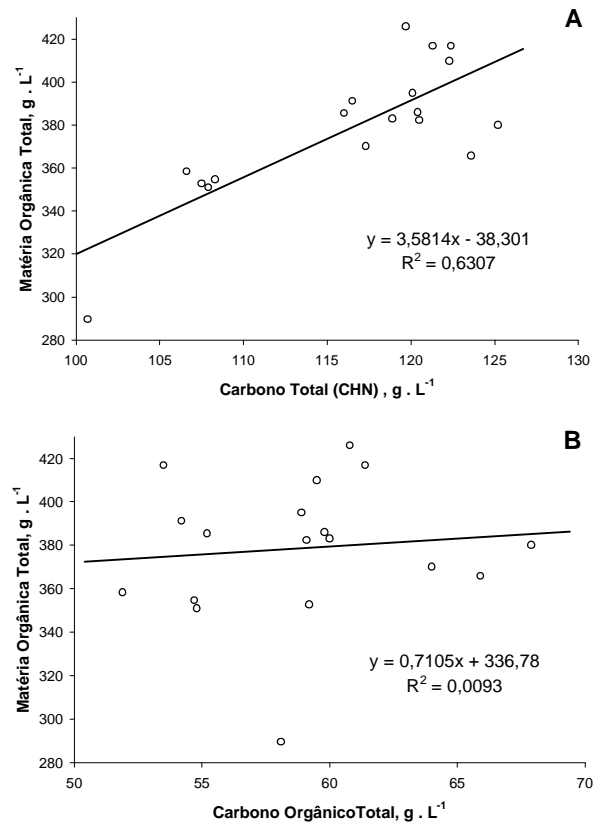


Fig. 2 - Correlação da matéria orgânica determinada por calcinação com o carbono total e o carbono orgânico total.

**Quadro 3.** Valores de densidade, umidade e sólidos totais para amostras de dezoito lotes do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| amostra | Umidade           |                  | Sólidos Totais    |                  | Densidade         |                  |
|---------|-------------------|------------------|-------------------|------------------|-------------------|------------------|
|         | Liof <sup>1</sup> | Cad <sup>2</sup> | Liof <sup>1</sup> | Cad <sup>2</sup> | Liof <sup>1</sup> | Cad <sup>2</sup> |
| D01     | 67%               | 68%              | 32,8%             | 32,2%            | 1,12              | 1,10             |
| D03     | 58%               | 60%              | 41,8%             | 40,4%            | 1,14              | 1,11             |
| D04     | 58%               | 58%              | 42,0%             | 42,5%            | 1,16              | 1,11             |
| D05     | 61%               | 61%              | 38,9%             | 39,1%            | 1,12              | 1,11             |
| D06     | 58%               | 58%              | 41,8%             | 41,6%            | 1,18              | 1,13             |
| D07     | 53%               | 53%              | 47,1%             | 47,4%            | 1,17              | 1,16             |
| D08     | 60%               | 60%              | 40,0%             | 40,2%            | 1,18              | 1,10             |
| D10     | 61%               | 61%              | 39,1%             | 38,9%            | 1,13              | 1,13             |
| D11     | 58%               | 58%              | 41,8%             | 41,9%            | 1,17              | 1,13             |
| D12     | 61%               | 61%              | 39,2%             | 39,2%            | 1,12              | 1,10             |
| D13     | 58%               | 58%              | 41,9%             | 41,6%            | 1,16              | 1,13             |
| D14     | 61%               | 61%              | 39,1%             | 39,2%            | 1,13              | 1,10             |
| D15     | 55%               | 55%              | 45,1%             | 45,1%            | 1,16              | 1,16             |
| D16     | 61%               | 61%              | 39,1%             | 39,3%            | 1,11              | 1,11             |
| D17     | 58%               | 58%              | 42,5%             | 42,3%            | 1,14              | 1,13             |
| D18     | 58%               | 58%              | 42,2%             | 42,2%            | 1,17              | 1,10             |
| D19     | 54%               | 53%              | 46,4%             | 46,7%            | 1,18              | 1,14             |
| D20     | 58%               | 58%              | 41,8%             | 41,9%            | 1,17              | 1,12             |
| média   | 59%               | 59%              | 41,3%             | 0,41             | 1,15              | 1,12             |
| desvio  | 3%                | 3%               | 3,2%              | 0,03             | 0,02              | 0,02             |
| CV      | 6%                | 6%               | 8%                | 8%               | 2%                | 2%               |

<sup>1</sup> Determinado pelo método do liofilizador; <sup>2</sup> Determinado pelo método do cadinho.

**Quadro 4.** Valores de matéria orgânica determinada por calcinação e carbono orgânico determinado por via úmida para dez repetições de amostras de um único lote do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| repetição | Carbono orgânico    |                      | Matéria orgânica    |                               |
|-----------|---------------------|----------------------|---------------------|-------------------------------|
|           | g . L <sup>-1</sup> | g . kg <sup>-1</sup> | g . L <sup>-1</sup> | % Sólidos Totais <sup>1</sup> |
| 1         | 59,1                | 333,4                | 388,3               | 80,8                          |
| 2         | 59,9                | 332,8                | 388,8               | 80,7                          |
| 3         | 56,9                | 337,8                | 392,6               | 81,6                          |
| 4         | 61,5                | 333,8                | 392,9               | 80,8                          |
| 5         | 61,7                | 333,7                | 389,2               | 80,7                          |
| 6         | 59,0                | 332,3                | 387,9               | 80,5                          |
| 7         | 59,5                | 333,6                | 389,1               | 80,8                          |
| 8         | 58,6                | 332,8                | 390,1               | 80,6                          |
| 9         | 63,3                | 328,6                | 380,8               | 79,6                          |
| 10        | 58,4                | 333,0                | 388,6               | 80,6                          |
| média     | 59,8                | 333,2                | 388,8               | 80,7                          |
| desvio    | 1,9                 | 2,2                  | 3,3                 | 0,5                           |
| CV        | 3,1%                | 0,7%                 | 0,9%                | 0,6%                          |

**Quadro 5.** Valores de matéria orgânica determinada por calcinação e carbono orgânico determinado por via úmida para amostras de dezoito lotes do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| amostra | Carbono orgânico    |                      | Matéria orgânica    |                               |
|---------|---------------------|----------------------|---------------------|-------------------------------|
|         | g . L <sup>-1</sup> | g . kg <sup>-1</sup> | g . L <sup>-1</sup> | % Sólidos Totais <sup>1</sup> |
| D01     | 58,1                | 263,7                | 289,6               | 82                            |
| D03     | 60,8                | 383,0                | 425,9               | 95                            |
| D04     | 59,8                | 346,9                | 385,9               | 82                            |
| D05     | 54,7                | 318,8                | 354,7               | 82                            |
| D06     | 67,9                | 335,3                | 380,1               | 81                            |
| D07     | 59,5                | 354,6                | 409,8               | 75                            |
| D08     | 65,9                | 332,1                | 365,8               | 83                            |
| D10     | 64,0                | 327,7                | 370,2               | 84                            |
| D11     | 54,2                | 345,8                | 391,1               | 83                            |
| D12     | 54,8                | 320,3                | 351,0               | 82                            |
| D13     | 55,2                | 340,2                | 385,4               | 82                            |
| D14     | 59,2                | 320,4                | 352,7               | 82                            |
| D15     | 61,4                | 359,5                | 416,8               | 80                            |
| D16     | 51,9                | 322,3                | 358,4               | 82                            |
| D17     | 58,9                | 351,0                | 394,9               | 83                            |
| D18     | 59,1                | 346,1                | 382,3               | 82                            |
| D19     | 53,5                | 364,8                | 416,8               | 78                            |
| D20     | 60,0                | 341,3                | 383,0               | 81                            |
| média   | 58,8                | 337,4                | 378,57              | 82                            |
| desvio  | 4,3                 | 25,2                 | 31,86               | 4                             |
| CV      | 7%                  | 7%                   | 8%                  | 5%                            |

<sup>1</sup> percentual de matéria orgânica nos sólidos totais



**Quadro 6.** Valores de carbono e nitrogênio totais e relação C:N para cinco repetições de amostras de um único lote do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| repetição | C <sup>1</sup><br>dag . kg <sup>-1</sup> | N <sup>1</sup> | C <sub>CHN</sub><br>g C . L <sup>-1</sup> | N <sub>CHN</sub><br>g N . L <sup>-1</sup> | C/N  |
|-----------|--|----------------|---|---|------|
| 1         | 24,26                                    | 24,56          | 118,35                                    | 119,78                                    | 0,99 |
| 2         | 24,28                                    | 24,49          | 118,44                                    | 119,44                                    | 0,99 |
| 3         | 24,34                                    | 24,27          | 118,74                                    | 118,37                                    | 1,00 |
| 4         | 24,36                                    | 24,34          | 118,83                                    | 118,71                                    | 1,00 |
| 5         | 24,40                                    | 24,21          | 119,03                                    | 118,07                                    | 1,01 |
| média     | 24,3                                     | 24,4           | 118,7                                     | 118,9                                     | 1,0  |
| desvio    | 0,1                                      | 0,1            | 0,3                                       | 0,7                                       | 0,0  |
| CV        | 0,2%                                     | 0,6%           | 0,2%                                      | 0,6%                                      | 0,8% |

<sup>1</sup> teores de carbono e nitrogênio total na fração sólida liofilizada a partir do produto comercial

**Quadro 7.** Valores de carbono e nitrogênio totais e relação C:N para amostras de dezoito lotes do fertilizante organomineral líquido Vitaplus.

| amostra | C <sup>1</sup><br>dag . kg <sup>-1</sup> | N <sup>1</sup> | C <sub>CHN</sub><br>g C . L <sup>-1</sup> | N <sub>CHN</sub><br>g N . L <sup>-1</sup> | C/N  |
|---------|--|----------------|---|---|------|
| D01     | 27,36                                    | 22,91          | 100,7                                     | 84,3                                      | 1,19 |
| D03     | 25,13                                    | 24,94          | 119,7                                     | 118,8                                     | 1,01 |
| D04     | 24,68                                    | 24,55          | 120,4                                     | 119,8                                     | 1,01 |
| D05     | 24,75                                    | 24,57          | 108,3                                     | 107,5                                     | 1,01 |
| D06     | 25,38                                    | 23,06          | 125,2                                     | 113,7                                     | 1,10 |
| D07     | 22,23                                    | 22,63          | 122,3                                     | 124,5                                     | 0,98 |
| D08     | 26,24                                    | 23,52          | 123,6                                     | 110,8                                     | 1,12 |
| D10     | 26,65                                    | 24,48          | 117,3                                     | 107,8                                     | 1,09 |
| D11     | 23,82                                    | 25,43          | 116,5                                     | 124,4                                     | 0,94 |
| D12     | 24,66                                    | 24,86          | 107,9                                     | 108,7                                     | 0,99 |
| D13     | 23,93                                    | 25,38          | 116,0                                     | 123,0                                     | 0,94 |
| D14     | 24,43                                    | 25,10          | 107,5                                     | 110,4                                     | 0,97 |
| D15     | 23,46                                    | 24,01          | 122,4                                     | 125,3                                     | 0,98 |
| D16     | 24,53                                    | 25,28          | 106,6                                     | 109,9                                     | 0,97 |
| D17     | 24,86                                    | 26,07          | 120,1                                     | 125,9                                     | 0,95 |
| D18     | 24,40                                    | 24,46          | 120,5                                     | 120,8                                     | 1,00 |
| D19     | 22,17                                    | 25,23          | 121,3                                     | 138,0                                     | 0,88 |
| D20     | 24,33                                    | 24,37          | 118,9                                     | 119,1                                     | 1,00 |
| média   | 24,61                                    | 24,49          | 116,4                                     | 116,3                                     | 1,01 |
| desvio  | 1,32                                     | 0,95           | 7,1                                       | 11,4                                      | 0,07 |
| CV      | 5%                                       | 4%             | 6%  | 10%                                       | 7%   |

<sup>1</sup> teores de carbono e nitrogênio total na fração sólida liofilizada a partir do produto comercial

**Quadro 8.** Coeficientes de variação (CV) médios e erros padrão (EP) médios considerando 10, 9 e 2 repetições, para as variáveis determinadas em sub-amostras de um único lote do fertilizante orgânico líquido Vitaplus.

| Variáveis                          | CV             |      |             | EP             |        |               |
|------------------------------------|----------------|------|-------------|----------------|--------|---------------|
|                                    | Nº de Amostras |      |             | Nº de Amostras |        |               |
|                                    | 10             | 9    | 2           | 10             | 9      | 2             |
| Densidade                          | 0,36           | 0,36 | <b>0,30</b> | 0,0013         | 0,0014 | <b>0,0025</b> |
| % Umidade                          | 0,19           | 0,18 | <b>0,12</b> | 0,0003         | 0,0004 | <b>0,0005</b> |
| % ST                               | 0,27           | 0,26 | <b>0,17</b> | 0,0003         | 0,0004 | <b>0,0005</b> |
| Matéria Orgânica g.L <sup>-1</sup> | 0,85           | 0,84 | <b>0,62</b> | 1,0481         | 1,0863 | <b>1,7040</b> |
| COT g.L <sup>-1</sup>              | 3,12           | 3,09 | <b>2,56</b> | 0,5902         | 0,6166 | <b>1,0854</b> |

## Conclusões

Os métodos de Yeomans e Bremner e CHN apresentaram boa reprodutibilidade entre lotes, porém apresentaram valores absolutos bastante contrastantes. Logo esses métodos não devem ser utilizados para medir o mesmo atributo, carbono orgânico, e seus resultados devem ser tratados de forma independente.

O método de calcinação superestima os teores de matéria orgânica de amostras de fertilizantes e não deve ser utilizado como norma técnica

Apenas duas repetições são necessárias para a obtenção de valores confiáveis dentro de uma faixa de tolerância suficiente para as exigências legais.

Os mesmos métodos devem ser aplicados a outras amostras de fertilizantes orgânicos para verificar se esse comportamento segue o mesmo padrão para todos os produtos que se enquadram nesse grupo.

## Referências Bibliográficas

BRASIL. Laboratório Nacional de Referência Vegetal. **Normas técnicas para fertilizantes orgânicos**: manual de métodos. Brasília: LANARV, 1988. 45 p.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 23: definições e normas sobre as especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos, organominerais e biofertilizantes destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, 08 set. 2005. Seção 1, p. 12. Disponível em: <<http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta>>. Acesso em: 10 ago. 2006.

DIAS, L. E.; JUCKSCH, I.; RICCI, M. S. F.; ALVAREZ V., V. H. Comparação de diferentes métodos de determinação de carbono orgânico em amostras de solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, MG, v. 15, n. 3, p.157-162, set./dez. 1991.

GLASER, B. Ameliorating physical and chemical properties of highly weathered soils in the tropics with charcoal: a review. **Biology and Fertility of Soils**, Heidelberg, v. 35, n. 4, p. 219-230, Jun. 2002.

GOLDIN, A. Reassessing the use of loss-on-ignition for estimating organic matter content in noncalcareous soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 18, n. 10, p. 1111-1116, Oct. 1987.

NELSON, D. W.; SOMMERS, L. E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: **METHODS of soil analysis, part 2: chemical and microbiological properties**. 2nd ed. Madison: ASA: SSSA, 1982. (Agronomy monograph, no. 9). p. 539-579.

PÉREZ, D. V.; ALCÂNTARA, S.; ARRUDA, J.; MENEGHELLI, N. A. Comparing two methods for soil carbon and nitrogen determination using selected Brazilian soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 32, n. 1&2, p. 295-309, [Jan.?] 2001.

STEVENSON, F. J. **Humus chemistry**. 2nd. ed. New York: J. Wiley, 1994. 496 p.

YEOMANS, J. C.; BREMNER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 19, n. 13, p. 1467-1476, Oct. 1988.