

Nota

ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO NA DETERMINAÇÃO DA TEXTURA DO SOLO⁽¹⁾

Tatiana Maris Ferraresi⁽²⁾, Wilson Tadeu Lopes da Silva⁽³⁾, Ladislau Martin-Neto⁽⁴⁾, Pedro Marques da Silveira⁽⁵⁾ & Beáta Emöke Madari⁽⁶⁾

RESUMO

A aplicação de técnicas espectroscópicas que utilizam a radiação infravermelha (*NIRS-Near Infrared Spectroscopy* e *DRIFTS-Diffuse Reflectance Fourier Transformed Spectroscopy*) na análise inorgânica do solo tem sido proposta desde a década de 1970, mas até os dias atuais são raros os métodos implementados rotineiramente no Brasil. Isso deve-se à dificuldade em construir modelos de calibração, por meio de métodos estatísticos multivariados, utilizando-se amostras reais de solo, de constituição complexa, que varia geograficamente e de acordo com o manejo. Por isso, os objetivos deste trabalho foram construir modelos de calibração em NIRS e DRIFTS para a quantificação das frações de argila e areia, em amostras de solos de classes diferentes - Latossolo Vermelho (predominante), Nitossolo, Argissolo Vermelho e Neossolo Quartzarênico - e avaliar qual dessas duas técnicas é mais adequada para essa finalidade, assim como a interferência do agrupamento de amostras e da seleção de variáveis espectrais na qualidade desses modelos. Para isso, valores de referência obtidos pelo método do densímetro, método largamente utilizado nos laboratórios de análise de solo, foram correlacionados com valores de absorvância em NIRS e DRIFTS pela ferramenta estatística PLS (*Partial Least Squares*), obtendo-se altos coeficientes de determinação (R^2), de 0,95, 0,90 e 0,91 para argila, silte e areia, respectivamente, na validação externa. Isso confirma a aplicabilidade das técnicas espectroscópicas na análise granulométrica do solo para fins agrícolas. O agrupamento das amostras segundo a localização e a seleção de variáveis espectrais pouco influenciou na qualidade dos modelos. A técnica espectroscópica mais indicada para essa finalidade foi a DRIFTS.

Termos de indexação: granulometria do solo, técnicas espectroscópicas, radiação infravermelha, Latossolo, argila.

⁽¹⁾ Recebido para publicação em 05 de dezembro de 2011 e aprovado em 20 de setembro de 2012.

⁽²⁾ Mestre em Química Analítica, Embrapa Arroz e Feijão, Rodovia GO 462, km 12. CEP 75375-000 Santo Antônio de Goiás (GO). E-mail: tatiana.ferraresi@embrapa.br

⁽³⁾ Doutor em Química Analítica, Embrapa Instrumentação, Rua XV de Novembro 1452. CEP 13560-970 São Carlos, (SP). E-mail: wilson.lopes-silva@embrapa.br

⁽⁴⁾ Doutor em Física Aplicada, Embrapa Instrumentação. E-mail: ladislau.martin@embrapa.br

⁽⁵⁾ Doutor em Fertilidade de Solos e Nutrição de Plantas, Embrapa Arroz e Feijão. E-mail: pedro.silveira@embrapa.br

⁽⁶⁾ Doutora em Ciência do Solo e Nutrição de Plantas, Embrapa Arroz e Feijão. E-mail: beata.madari@embrapa.br

SUMMARY: INFRARED SPECTROSCOPY IN DETERMINATION OF SOIL TEXTURE

Since the 70s, spectroscopic techniques, especially those with infrared radiation (NIRS - Near Infrared Spectroscopy and DRIFTS - Diffuse Reflectance Fourier Transformed Spectroscopy) have been proposed for inorganic soil analysis, but only few methods found routine use in Brazil so far. This fact is probably due to the difficulty in building calibration models based on multivariate tools with real soil samples that have a complex composition that varies geographically and according to the management. The objective of this study was to build models for clay, silt and sand fractions of soils from two experimental farms of Embrapa, and assess the influence of the clusters of samples and spectral variable selection on the model quality. For this purpose, reference values of clay, silt and sand were correlated with NIRS and DRIFTS absorbance values by the statistical tool of Partial least-squares (PLS) modeling. High regression coefficients were obtained (0.95, 0.90 and 0.91 for clay, silt and sand, respectively), in the external validation. These results confirm the application of spectroscopic techniques on textural analysis of soil for agricultural purposes. The grouping of samples by location and the selection of spectral variables had little influence on the model quality. The most suitable spectroscopic technique for this purpose was DRIFTS.

Index terms: soil texture, spectroscopy techniques, infrared radiation, Latosol, clay.

INTRODUÇÃO

A textura é uma característica importante no manejo dos solos, pois determina, em grande parte, o grau de coesão e adesão entre as partículas do solo. Os teores relativos das partículas do solo influenciam na taxa de infiltração e retenção de água, na aeração e na disponibilidade de nutrientes (Forsythe, 1975). Além disso, a sua determinação no solo permite fazer uso mais racional e eficiente dos fertilizantes (Santos et al., 2010).

Os métodos normalmente utilizados na determinação dos teores de argila, silte e areia baseiam-se na velocidade de sedimentação das partículas que compõem o solo quando suspensas em água após dispersão química e física (Embrapa, 1997). A quantificação das partículas dispersas é realizada retirando-se alíquota com pipeta, seguida de secagem e pesagem do solo, ou simplesmente por meio da medida da densidade. Esses métodos envolvem um preparo inicial de amostras para a dispersão, podendo ser realizadas em torno de 30 amostras por dia.

De acordo com Farmer & Palmieri (1975), a espectroscopia no infravermelho é uma das poucas técnicas que podem render informação sobre a estrutura e a composição de fases amorfas, como o solo moído, sendo uma ferramenta útil na caracterização molecular de espécies inorgânicas. Mais de uma centena de amostras podem ser analisadas por dia, com a possibilidade de alimentar um amostrador automático acoplado ao equipamento.

Os espectros de infravermelho são resultantes de diferentes tipos de vibração molecular. Enquanto o espectro no infravermelho médio com refletância difusa apresenta os sinais referentes às vibrações fundamentais das moléculas, no infravermelho

próximo detectam-se as vibrações harmônicas e as combinações.

Essas técnicas vibracionais, que utilizam a radiação infravermelha para excitar as moléculas, são comuns em muitos laboratórios e têm certas vantagens sobre alguns métodos tradicionais de análise, como, por exemplo: a pequena quantidade de amostra requerida, a rapidez, a facilidade de preparo de amostra e o curto tempo de análise. O número de amostras analisadas pode ser triplicado, com redução de custo, pois elimina o uso de reagentes dispersantes. Ela também permite o estudo simultâneo de espécies orgânicas e inorgânicas (Reig et al., 2002), sendo bem atrativa para o monitoramento ambiental, modelagem e agricultura de precisão (Viscarra-Rossel et al., 2006).

Muitos estudos têm demonstrado que a espectroscopia de refletância difusa no infravermelho fornece sinais marcantes, que podem ser usados para prever muitos atributos físicos, químicos e biológicos do solo (Madari et al., 2006; Viscarra-Rossel et al., 2006; Minasny et al., 2008). Entre os atributos físicos já estudados estão a superfície específica e as frações de areia, silte e argila, sendo a maioria dos trabalhos realizada no sentido de determinar a granulometria do solo (Malley et al., 2004; Reeves III, 2010). Essa determinação pode ser mais precisa em solos cujo teor de matéria orgânica não ultrapassa 5 %.

Diversos fatores relacionados à formação dos solos são determinantes para a feição espectral: rocha de origem (que pode levar a uma diferença no tipo de argila formada, segundo Resende et al., 2005), topografia, material vegetal e clima. Por esse motivo, Vuuren et al. (2006) sugerem utilizar amostras de um mesmo campo experimental nas calibrações por Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIRS) ou Espectroscopia de Infravermelho Médio (DRIFTS),

para construir bons modelos preditivos ao correlacionar os dados de absorvância com os dados físicos do solo.

Em razão da variedade de matrizes de solo, decorrente dos diferentes processos de formação destes, pode haver problemas com o uso dessa técnica (Malley et al., 2004). A heterogeneidade das amostras, aliada à característica indireta de determinação por infravermelho, implica a necessidade de grande número de amostras de calibração e de separação das amostras por localidade (Vuuren et al., 2006). Uma alternativa para superar o problema de matriz é selecionar regiões do espectro mais específicas para as propriedades que se deseja quantificar.

A melhor calibração é aquela que alia o maior coeficiente de determinação ao menor SEP (erro de predição), com o menor número de fatores necessários. Os objetivos deste trabalho foram construir modelos de calibração em NIRS e DRIFTS para a quantificação das frações de argila, silte e areia, em solos de diferentes classes, com predominância de Latossolo Vermelho, e avaliar a interferência do agrupamento de amostras e da seleção de variáveis espectrais na qualidade desses modelos.

MATERIAL E MÉTODOS

Foram coletadas amostras superficiais, 0-10 cm de profundidade, de solos de áreas experimentais pertencentes à Embrapa Arroz e Feijão (CNPAF) e à Embrapa Pecuária Sudeste (CPPSE), localizadas, respectivamente, em Santo Antônio de Goiás - GO (16° 30' 11" S, 49° 16' 54" O) e em São Carlos - SP (21° 57' 35" S, 47° 50' 32" O).

Foram obtidas amostras do solo sob diferentes utilizações naquele momento: solos sob cultivo de arroz, feijão, café, banana e pastagens, além de solos sob vegetação nativa de cerrado, nas áreas da Embrapa Arroz e Feijão (amostras CNPAF). Já na Embrapa Pecuária Sudeste (CPPSE) foram amostrados solos sob cultivo de cana-de-açúcar, alfafa, aveia e pastagens acrescentadas de amostras de matas com vegetação nativa de Cerrado e Mata Atlântica (amostras CPPSE). O total de amostras analisadas foi de 120 (70 amostras do CNPAF e 50 amostras do CPPSE).

As áreas experimentais do CNPAF são constituídas, em sua maior parte, de Latossolo Vermelho, mas amostras de solo foram coletadas também em Nitossolo. As coletas no CPPSE foram no Latossolo Vermelho (predominante), Argissolo Vermelho e Neossolo Quartzarênico.

Para fins de calibração, as amostras foram agrupadas de acordo com a localidade em CNPAF e CPPSE. Os cálculos estatísticos para obtenção de modelos de calibração foram realizados com estes dois grupos separadamente, assim como com todas as amostras (TODOS).

O método do densímetro foi utilizado para determinar a granulometria do solo, conforme Embrapa (1997). A densidade da suspensão de solo (1.000 mL) foi determinada, após agitação manual, em dois tempos: 30 s (D₁) e 2 h (D₂), e a fração de cada classe de partícula foi calculada pelas equações 1 a 3:

$$\text{Argila (g kg}^{-1}\text{)} = [(D_2 \times 100) / 50] \times 10 \quad (1)$$

$$\text{Areia (g kg}^{-1}\text{)} = \{100 - [D_1 \times 100] / 50\} \times 10 \quad (2)$$

$$\text{Silte (g kg}^{-1}\text{)} = \{[(D_1 - D_2) \times 100] / 50\} \times 10 \quad (3)$$

Para obtenção dos espectros de solos, as amostras foram secas ao ar, trituradas em moinho de bolas e passadas em peneiras de 0,250 mm. Aproximadamente 1 g de cada amostra foi colocado em um frasco de vidro de fundo chato e analisado em espectrômetro no infravermelho próximo (10.000 a 4.000 cm⁻¹) Perkin Elmer Spectrum 100, de forma que a radiação infravermelha incidisse no fundo dos frascos de vidros, atingindo as amostras superficialmente. Para análise em espectrômetro de infravermelho médio (4.000 a 400 cm⁻¹) Varian 600-IR, aproximadamente 0,20 g de amostras de solo foi acondicionado em recipientes e colocado em um amostrador automático (Pike) de forma que o *laser* incidisse na superfície das amostras e a radiação refletida fosse captada por um espelho côncavo. A resolução na obtenção dos espectros foi de 16 cm⁻¹, acumulando-se 32 varreduras por espectro. Foram obtidos espectros de refletância transformados para absorvância pela equação $A = \log(1/R)$. Todos os espectros foram centrados na média e submetidos ao cálculo da primeira derivada com cinco pontos.

O método PLS com validação cruzada (*leave-one-out*) foi aplicado em 80 % das amostras de cada agrupamento (CNPAF e CPPSE) para construir modelos de calibração; os 20 % restantes tiveram seus valores preditos pelos modelos construídos (validação externa). Essas amostras de validação externa foram escolhidas a partir de gráficos de distribuição, provenientes de uma análise de componentes principais (PCA) com amostras de cada subgrupo, selecionando-se 20 % das amostras de forma representativa (Figura 1). Em toda a análise estatística utilizou-se o software *Pirouette* versão 3.11.

Com o agrupamento de todas as amostras, também foram testados três subgrupos de variáveis espectrais (números de onda) na faixa do infravermelho próximo (NIRS) e na faixa do infravermelho médio (DRIFTS). Os critérios de seleção de variáveis espectrais em DRIFTS e NIRS são apresentados no quadro 1.

Os parâmetros utilizados para comparar a eficiência de cada modelo de calibração construído foram: fatores necessários na calibração (NF); número de amostras (N_{vc} e N_{ve}); desvios-padrão de predição na validação cruzada e externa (SEV e SEP); erros percentuais de predição (SEV% e SEP%); e coeficientes de determinação linear entre os dados preditos e

Quadro 2. Valor mínimo, valor máximo e média de concentração dos elementos texturais nos solos das duas áreas experimentais

Solo	Elemento textural	Valor		
		Mínimo	Máximo	Média
CNPAF	g kg ⁻¹			
	Argila	296	679	580
	Silte	7	374	106
CPPSE	Argila	96	486	309
	Silte	7	237	85
	Areia	357	867	634

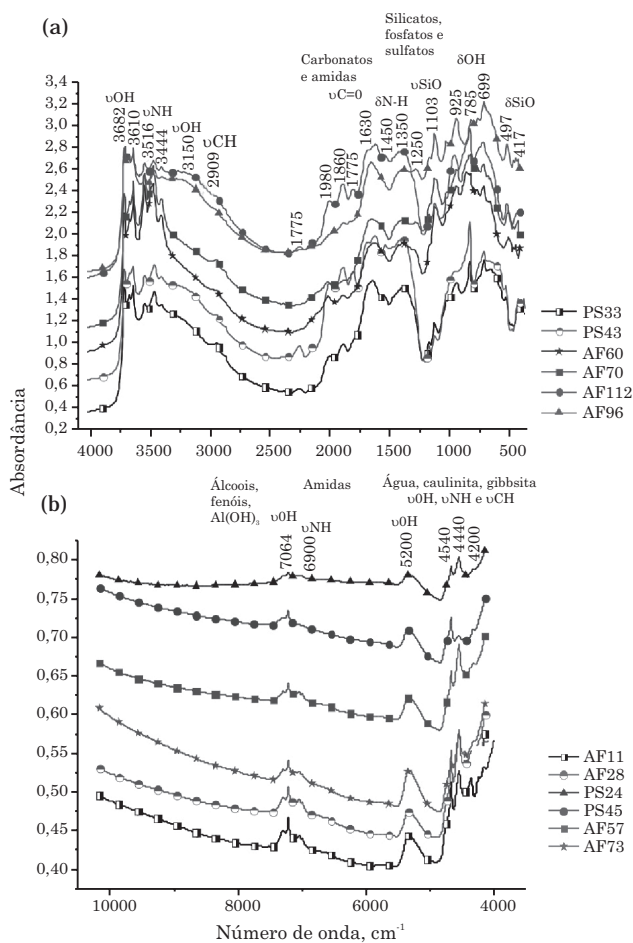


Figura 2. Exemplos de espectros de absorvância em infravermelho médio - DRIFTS (a) e infravermelho próximo - NIRS (b) de solos do CNPAF (representados por AF) e do CPPSE (representados por PS).

De acordo com Farmer & Palmieri (1975), as principais vibrações de filossilicatos podem ser separadas em vibrações de estiramento (ν) e vibrações angulares (δ) de hidroxilas e óxido de silício: ν OH

(3.400-3.750 cm^{-1}), δ OH (600-950 cm^{-1}), ν Si-O (700-1.200 cm^{-1}) e δ Si-O (150-600 cm^{-1}). Já as bandas em 1.050 cm^{-1} e entre 900 e 400 cm^{-1} são atribuídas a minerais de argila e ao quartzo (Pirie et al., 2005).

Observa-se (Figura 2a) que absorções de carbonatos próximas a 1.400 cm^{-1} são separadas de ânions silicatos, fosfatos e sulfatos que aparecem sobrepostos na região de 1.200 a 900 cm^{-1} . Há indícios de que o espectro no infravermelho é particularmente sensível à desordem na estrutura cristalina, conforme ocorre diminuição da formação cristalina ou substituição isomórfica (Farmer & Palmieri, 1975).

Nos espectros de NIRS (Figura 2b) são observadas principalmente as vibrações de estiramento (ν) das ligações O-H, N-H e C-H. As bandas em torno de 7.000 cm^{-1} em geral são resultantes dos estiramentos de hidroxilas, o que pode indicar a presença de fenóis, álcoois e hidróxidos de alumínio; estes últimos compõem argilominerais, como caulinita e montmorilonita. Estiramentos da ligação N-H, que compõe ureia e proteínas, também são observados nessa região.

Bandas de alta absorção centradas em 5.200 cm^{-1} estão relacionadas com moléculas de água livre (normalmente adsorvidas) presentes em minerais 2:1 (Demattê et al., 2004).

Na região de 4.200-4.500 cm^{-1} são detectados sinais de ν O-H provenientes de caulinita e gibbsita, além de vibrações ν N-H e ν C-H.

Os resultados da calibração com a ferramenta PLS aplicada aos dados espectroscópicos e aos dados de referência mostraram que tanto NIRS quanto DRIFTS predisseram satisfatoriamente os teores de areia, silte e argila (Quadro 3), sendo observados resultados ligeiramente melhores com os espectros de infravermelho médio, assim como havia sido descrito por Viscarra-Rossel et al. (2006). Os coeficientes de determinação (R_{vc} e R_{ve}) obtidos com todas as amostras, com e sem seleção de variáveis, foram superiores aos alcançados por aqueles autores em DRIFTS (argila = 0,67, silte = 0,49 e areia = 0,74) e por Chang et al. (2001) em NIRS (argila = 0,67, silte = 0,84 e areia = 0,82) e comparáveis aos coeficientes alcançados por Madari et al. (2006) em DRIFTS (argila = 0,96 e areia = 0,99). Conforme esperado, as calibrações para silte resultaram em predições menos acuradas, em razão do método de quantificação indireto desse constituinte.

Como mostra o quadro 3, não houve melhora significativa nos resultados a partir da seleção de variáveis espectrais (seleções 1, 2 e 3). Isso pode ser explicado pela impossibilidade de distinguir totalmente os compostos orgânicos de inorgânicos nos espectros de infravermelho, pois as mesmas ligações químicas podem estar presentes em ambos os tipos de compostos. A seleção de bandas, nesse caso, provocou perda de informação, resultando em calibrações menos precisas.

Quadro 3. Dados de validação cruzada e externa para os modelos de calibração em NIRS e DRIFTS para os teores de argila, silte e areia, utilizando as seleções de variáveis espectrais e todas as amostras coletadas

Faixa espectral	Modelo	Validação cruzada				Validação externa			
		NF	Nvc	Rvc	SEV%	Nve	Rve	SEP	SEP%
Argila									
DRIFTS	Sem seleção	5	94	0,86	78,04	26	0,95	55,38	11,90
	Seleção 1	5	94	0,86	78,34	26	0,95	55,47	11,92
	Seleção 2	4	94	0,85	80,82	26	0,93	64,63	13,88
	Seleção 3	4	94	0,82	88,16	26	0,92	67,47	14,49
NIRS	Sem seleção	4	97	0,85	83,96	24	0,86	82,58	17,74
	Seleção 1	3	97	0,84	85,97	24	0,85	85,21	18,30
	Seleção 2	4	97	0,85	84,85	24	0,85	84,25	18,10
	Seleção 3	3	97	0,85	85,00	24	0,85	83,85	18,01
Silte									
DRIFTS	Sem seleção	4	94	0,67	46,13	26	0,50	59,83	69,49
	Seleção 1	4	94	0,67	46,24	26	0,50	59,81	69,45
	Seleção 2	4	94	0,66	46,84	26	0,47	61,35	71,25
	Seleção 3	4	94	0,62	49,40	26	0,52	57,68	66,98
NIRS	Sem seleção	4	97	0,55	53,19	24	0,83	40,00	46,45
	Seleção 1	5	97	0,50	54,94	24	0,90	29,26	33,98
	Seleção 2	4	97	0,54	52,95	24	0,84	40,42	46,94
	Seleção 3	3	97	0,47	55,61	24	0,78	44,40	51,56
Areia									
DRIFTS	Sem seleção	5	94	0,86	94,23	26	0,91	76,66	17,10
	Seleção 1	5	94	0,86	94,07	26	0,92	75,58	16,86
	Seleção 2	5	94	0,86	94,23	26	0,90	80,10	17,86
	Seleção 3	5	94	0,84	102,08	26	0,92	77,43	17,27
NIRS	Sem seleção	4	97	0,82	108,11	24	0,87	98,75	22,03
	Seleção 1	3	97	0,80	112,48	24	0,85	105,61	23,56
	Seleção 2	5	97	0,82	107,13	24	0,91	83,05	18,52
	Seleção 3	3	97	0,81	110,88	24	0,85	103,72	23,13

DRIFTS = espectroscopia de infravermelho médio; NIRS = espectroscopia de infravermelho próximo; NF = número de fatores ou componentes principais utilizados na calibração; Nvc = número de amostras preditas na validação cruzada; Rvc = coeficiente de determinação na validação cruzada; SEV = desvio-padrão da validação cruzada; Nve = número de amostras na validação externa; Rve = coeficiente de determinação na validação externa; SEP = desvio-padrão da validação externa; SEV% e SEP% = erros médios percentuais de predição.

O agrupamento amostral por localidade (Quadro 4) também não resultou em melhoria dos resultados preditos, devido à heterogeneidade das amostras e ao pequeno número de amostras pertencente a cada um deles. Desse modo, reunindo-se todas as amostras (Quadro 3), obtiveram-se modelos de predição mais complexos e mais robustos e coeficientes de determinação próximos de 1 (Rve Argila = 0,95, Rve Silte = 0,83 e Rve Areia = 0,91).

Os melhores modelos foram obtidos com DRIFTS, que oferece algumas vantagens sobre NIRS no que se refere à quantidade e definição de bandas, além de ser quimicamente mais sensível aos constituintes da amostra. NIRS, como mencionado por Merry & Janik (2001), é insensível ao quartzo, um dos maiores componentes do solo, sendo mais influenciado pelo tamanho das partículas e pelos processos físicos de

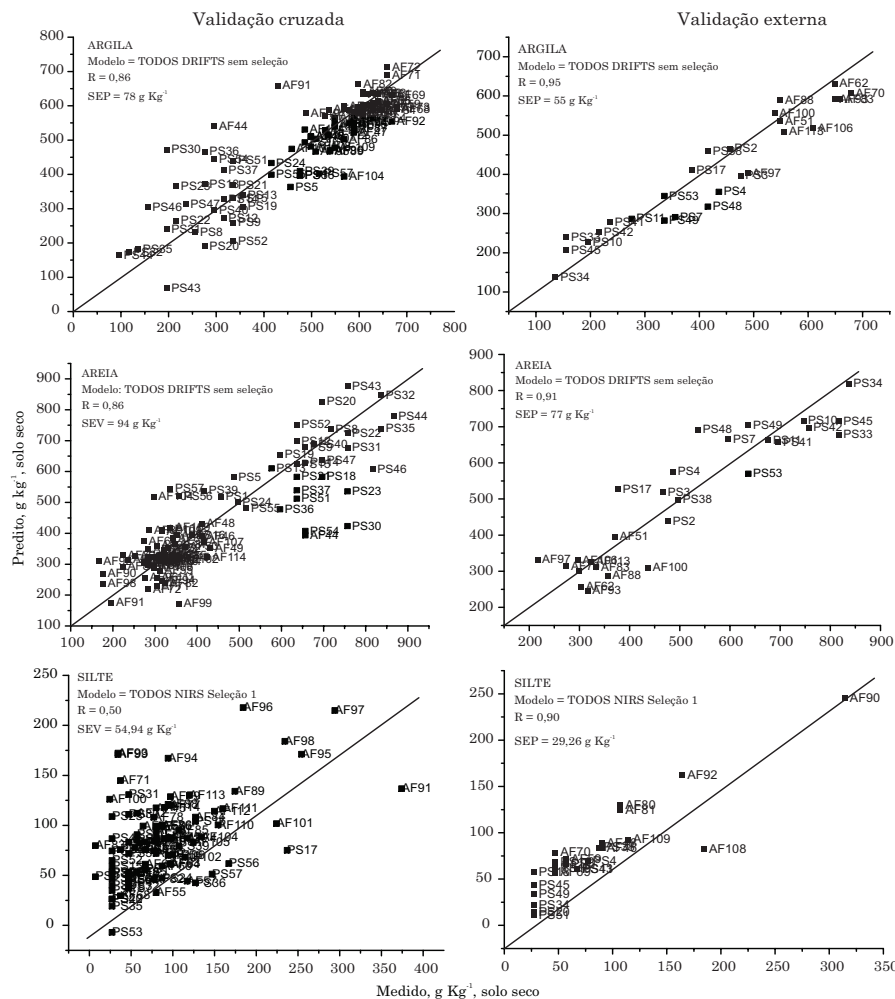
reflexão da luz, decorrentes da distribuição espacial das partículas de areia e argila. Por outro lado, há maior facilidade de manuseio de amostras pulverizadas em NIRS, além do menor custo do equipamento e da sua manutenção (Viscarra-Rossel et al., 2006). Somam-se a essas características de NIRS a disponibilidade de equipamentos portáteis para uso em campo (Viscarra-Rossel et al., 2006) e a larga utilização dessa faixa do infravermelho na obtenção de dados por satélites (Dalmolin et al., 2005; Reeves III, 2010). Por enquanto, a espectroscopia de infravermelho médio seria mais indicada para uso em laboratório, sendo necessário um aprimoramento tecnológico mais sofisticado para uso em campo.

A figura 3 mostra os valores preditos por modelos em DRIFTS *versus* os valores medidos por densitometria. São apresentados os valores preditos

Quadro 4. Dados de validação cruzada e externa para os modelos de calibração em DRIFTS e NIRS para o teor de argila, silte e areia, utilizando agrupamentos de amostras por localidade

Modelo	Validação cruzada				Validação externa				
	NF	Nvc	Rvc	SEV%	Nve	Rve	SEP	SEP%	
ARGILA	CNPAF DRIFTS	3	55	0,62	45,90	15	0,22	91,66	15,79
	CPPSE DRIFTS	1	38	0,79	75,42	12	0,10	71,67	23,16
	CNPAF NIRS	4	55	0,36	65,80	15	0,16	66,05	11,38
	CPPSE NIRS	1	40	0,74	76,35	11	0,62	82,70	26,72
SILTE	CNPAF DRIFTS	4	55	0,69	52,02	15	-0,15	57,79	55,90
	CPPSE DRIFTS	2	38	0,45	40,32	12	-0,08	31,81	56,30
	CNPAF NIRS	2	55	0,67	52,91	15	0,64	40,92	39,58
	CPPSE NIRS	1	40	0,35	42,60	11	-0,26	32,92	58,27
AREIA	CNPAF DRIFTS	8	55	0,58	46,50	15	0,31	105,68	33,41
	CPPSE DRIFTS	2	38	0,80	93,02	12	0,13	75,40	11,89
	CNPAF NIRS	3	55	0,47	64,86	15	0,19	68,30	21,59
	CPPSE NIRS	1	40	0,69	104,14	11	0,53	97,59	15,39

CNPAF = Centro Nacional de Pesquisa em Arroz e Feijão; CPPSE = Centro Nacional de Pesquisa em Pecuária Sudeste; DRIFTS = espectroscopia de infravermelho médio; NIRS = espectroscopia de infravermelho próximo; NF = número de fatores ou componentes principais utilizados na calibração; Nvc = número de amostras preditas na validação cruzada; Rvc = coeficiente de determinação na validação cruzada; SEV = desvio-padrão da validação cruzada; Nve = número de amostras na validação externa; Rve = coeficiente de determinação na validação externa; SEP = desvio-padrão da validação externa; SEV% e SEP% = erros médios percentuais de predição.

**Figura 3. Valores preditos pela espectroscopia de infravermelho versus valores medidos pelo densímetro para argila, silte e areia. Linha diagonal indica situação ideal onde valores preditos são iguais aos medidos.**

pelos melhores modelos, tanto com o uso da validação cruzada quanto da validação externa. Observa-se que as amostras se aproximam da linha 1:1, onde os valores preditos são iguais aos medidos, em toda a faixa analisada.

A boa correlação entre os dados medidos pelo método do densímetro e aqueles preditos pela espectroscopia, por meio de modelos de calibração construídos com todas as amostras coletadas, de diferentes classes texturais e taxonômicas, indica que é possível construir modelos robustos para uso em análise granulométrica do solo. A validação externa comprova essa robustez, uma vez que a predição dos valores de argila, silte e areia conduz a uma classificação textural muito semelhante à classificação obtida a partir dos resultados do densímetro, com acerto da classificação de 17 em 26 amostras, ou seja, 65 % (Quadro 5).

Há de se considerar que algumas amostras de solo situaram-se no limite entre duas classes texturais, o

que contribuiu para a discordância entre os dois métodos. Como exemplo disso, podem-se destacar as amostras PS2, PS7 e AF83.

CONCLUSÕES

1. A espectroscopia de infravermelho é aplicável na rotina de análise granulométrica do solo, dentro da precisão necessária para a classificação dos solos, tendo vantagens sobre o método tradicional, como: rapidez, preparo de amostra reduzido, possibilidade de automação e aumento do número de amostras analisadas por dia.

2. O número de amostras utilizado na construção do modelo de calibração interfere mais na qualidade dos resultados preditos do que a seleção de amostras e variáveis espectrais, sendo recomendável número maior de amostras para obter melhores resultados nas

Quadro 5. Comparação dos resultados de argila, silte e areia, em g kg⁻¹ solo seco, obtidos para as amostras de validação externa com densímetro e com a espectroscopia de infravermelho (modelo escolhido: DRIFTS com todas as amostras, sem seleção de variáveis espectrais)

Amostra	Densímetro				Espectroscopia			
	Argila	Silte	Areia	Classificação	Argila	Silte	Areia	Classificação
PS2	456	67,2	476,8	Argila arenosa	464,8	86,0	438,8	Argila
PS3	476	57,2	466,8	Argila arenosa	395,9	72,8	517,7	Argila arenosa
PS4	436	77,2	486,8	Argila arenosa	355,1	51,9	574,6	Argila arenosa
PS7	356	47,2	596,8	Argila arenosa	290,5	32,0	664,9	Franco-argilo-arenoso
PS10	196	57,2	746,8	Franco-argilo-arenoso	226,7	50,9	715,9	Franco-argilo-arenoso
PS11	276	47,2	676,8	Franco-argilo-arenoso	286,5	42,3	661,7	Franco-argilo-arenoso
PS17	386	237,2	376,8	Franco-argiloso	410,1	63,9	526,1	Argila arenosa
PS33	156	27,2	816,8	Franco-arenoso	239,9	99,1	678,0	Franco-argilo-arenoso
PS34	136	27,2	836,8	Franco-arenoso	137,3	69,7	819,2	Franco-arenoso
PS38	416	87,2	496,8	Argila arenosa	458,6	52,6	497,4	Argila arenosa
PS41	236	67,2	696,8	Franco-argilo-arenoso	278,5	62,2	657,5	Franco-argilo-arenoso
PS42	216	27,2	756,8	Franco-argilo-arenoso	252,8	42,2	696,8	Franco-argilo-arenoso
PS45	156	27,2	816,8	Franco-arenoso	206,9	84,0	714,7	Franco-argilo-arenoso
PS48	416	47,2	536,8	Argila arenosa	317,5	-0,3	690,9	Franco-argilo-arenoso
PS49	336	27,2	636,8	Franco-argilo-arenoso	282,2	10,7	703,4	Franco-argilo-arenoso
PS53	336	27,2	636,8	Franco-argilo-arenoso	344,5	57,2	569,6	Franco-argilo-arenoso
AF51	548,8	80,0	371,2	Argila	534,8	71,3	395,2	Argila
AF62	648,8	47,2	304,0	Muito argiloso	630,9	105,0	257,3	Muito argiloso
AF70	678,8	47,2	274,0	Muito argiloso	606,3	76,7	314,4	Muito argiloso
AF83	658,8	7,2	334,0	Muito argiloso	591,8	102,5	310,6	Argila
AF88	548,8	94,4	356,8	Argila	589,6	126,4	287,0	Argila
AF93	648,8	34,4	316,8	Muito argiloso	591,7	163,7	245,7	Argila
AF97	488,8	294,4	216,8	Argila	402,2	246,1	331,2	Argila
AF100	538,8	24,4	436,8	Argila	556,7	123,1	310,1	Argila
AF106	608,8	94,4	296,8	Muito argiloso	517,8	146,6	329,7	Argila
AF113	556	120,0	324,0	Argila	508,7	143,5	326,8	Argila

PS = amostra proveniente da Embrapa Pecuária Sudeste ou CPPSE. AF = amostra proveniente da Embrapa Arroz e Feijão ou CNPAF.

calibrações, principalmente se o intuito for reunir amostras de diferentes locais com composições bastante variáveis.

3. A técnica espectroscópica mais indicada para essa análise em laboratório é a espectroscopia de infravermelho médio (DRIFTS), tendo em vista a maior sensibilidade e precisão na predição dos teores de argila e areia no solo.

AGRADECIMENTOS

Às instituições colaboradoras: Embrapa Instrumentação Agropecuária, Embrapa Arroz e Feijão e Embrapa Pecuária Sudeste.

LITERATURA CITADA

- CHANG, C.W.; LAIRD, D.A.; MAUSBACH, M.J. & HURBURGH, C.R.J. Near-infrared reflectance spectroscopy-principal components regression analyses of soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 65:480-490, 2001.
- DALMOLIN, R.S.D.; GONÇALVES, C.N.; KLAMT, E. & DICK, D.P. Relação entre os constituintes do solo e seu comportamento espectral. *Ci. Rural*, 35:481-489, 2005.
- DEMATTE, J.A.M.; CAMPOS, R.C.; ALVES, M.C.; FIORIO, P.R. & NANNI, M.R. Visible-NIR reflectance: a new approach on soil evaluation. *Geoderma*, 121:95-112, 2004.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. Manual de métodos de análise do solo. 2.ed. Rio de Janeiro, 1997. 212p.
- FARMER, V.C. & PALMIERI, F. The characterization of soil minerals by infrared spectroscopy. In: GIESEKING, J.E., ed. *Soil components*. New York, Springer-Verlag, 1975. p.573-670.
- FORSYTHE, W. Física de suelos. Manual de laboratório. Costa Rica, Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas, 1975. 212p.
- GERZABEK, M.H.; ANTIL, R.S.; KOGEL-KNABNER, I.; KNICKER, H.; KIRCHMANN, H. & HABERHAUER, G. How are soil use and management reflected by soil organic matter characteristics: A spectroscopic approach. *Eur. J. Soil Sci.*, 57:485-494, 2006.
- MADARI, B.E.; REEVES, J.B.; MACHADO, P.O.A.; GUIMARÃES, C.M.; TORRES, E. & McCARTY, G.W. Mid and near-infrared spectroscopic assessment of soil compositional parameters and structural indices in two Ferrasols. *Geoderma*, 136:1-15, 2006.
- MALLEY, D.F.; MARTIN, P.D. & DEN-DOR, E. Application in analysis of soils. In: ROBERTS, C.A.; WORKMAN Jr., J. & REEVES III, J.B., eds. *Near-infrared spectroscopy in agriculture*. Madison, American Society of Agronomy, 2004. p.729-784.
- MINASNY, B.; McBRATNEY, A.B.; TRANTER, G. & MURPHY, B.W. Using soil knowledge for the evaluation of mid-infrared diffuse reflectance spectroscopy for predicting soil physical and mechanical properties. *Eur. J. Soil Sci.*, 59:960-971, 2008.
- PIRIE, A.; SINGH, B. & ISLAM, K. Ultra-violet, visible, near-infrared, and mid-infrared diffuse reflectance spectroscopic techniques to predict several soil properties. *Austr. J. Soil. Res.*, 43:713-721, 2005.
- PREVEDELLO, C.L. Física do solo: Com problemas resolvidos. Curitiba, SAEAFS, 1996. 446p.
- REEVES III, J.B. Near-versus mid-infrared diffuse reflectance spectroscopy for soil analysis emphasizing carbon and laboratory versus on-site analysis: Where are we and what needs to be done? *Geoderma*, 158:3-14, 2010.
- REIG, F.B.; GIMENO ADELANTADO, J.V. & MOYA MORENO, M.C.M. FTIR quantitative analysis of calcium carbonate (calcite) and silica (quartz) mixtures using the constant ratio method. *Appl. Geol. Samples*, 58:811-821, 2002.
- RESENDE, M.; CURI, N.; KER, J.C. & REZENDE, S.B. Mineralogia de solos brasileiros - interpretações e aplicações. Lavras, Universidade Federal de Lavras, 2005. 192p.
- SANTOS, G.A.; PEREIRA, A.B. & KORNDÖRFER, G.H. Uso do sistema de análises por infravermelho próximo (NIR) para análises de matéria orgânica e fração argila em solos e teores foliares de silício e nitrogênio em cana-de-açúcar. *Biosci. J.*, 26:100-108, 2010.
- SOUSA JÚNIOR, J.G.A.; DEMATTE, J.A.M. & GENÚ, A.M. Comportamento espectral dos solos na paisagem a partir de dados coletados por sensores terrestre e orbital. *R. Bras. Ci. Solo*, 32:727-738, 2008.
- VISCARRA-ROSSEL, R.A.; WALVOORT, T.D.J.J.; McBRATNEY, A.B.; JANIK, L.J. & SKJEMSTAD, J.O. Visible, near infrared, mid infrared or combined diffuse reflectance spectroscopy for simultaneous assessment of various soil properties. *Geoderma*, 131:59-75, 2006.
- VUUREN, J.A.J.; MEYER, J.H. & CLAASSENS, A.S. Potential use of near infrared reflectance monitoring in precision agriculture. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 37:2171-2184, 2006.