

**Determinação dos teores de carbono orgânico  
em solos do Acre com diferentes  
procedimentos analíticos**



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Rondônia  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

**BOLETIM DE PESQUISA  
E DESENVOLVIMENTO  
85**

**Determinação dos teores de carbono orgânico  
em solos do Acre com diferentes  
procedimentos analíticos**

Luciélio Manoel da Silva  
Maria de Jesus Mendes Rodrigues  
Orlando Carlos Huertas Tavares  
Otavio Augusto Queiroz dos Santos  
Paulo Guilherme Salvador Wadt  
Marcos Gervasio Pereira

Exemplares desta edição  
podem ser adquiridos na:

**Embrapa Rondônia**

Rodovia BR-364, Km 5,5, Zona Rural Caixa  
Postal: 127 CEP: 76815-800 - Porto Velho - RO  
Fones: (69) 3219-5004 / (69) 3219-5000 |  
www.embrapa.br/rondonia  
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

1ª edição  
PDF digitalizado (2021)

**Comitê Local de Publicações da  
Embrapa Rondônia**

Presidente  
*Henrique Nery Cirpiani*

Secretária  
*Ana Karina Dias Salinan*

Membros  
*André Rostand Ramalho*  
*César Augusto Domingues Teixeira*  
*Lúcia Helena de Oliveira Wadt*  
*Luiz Francisco Machado Pfeifer*  
*Maurício Reginaldo Alves dos Santos*  
*Pedro Gomes da Cruz*  
*Rodrigo Barros Rocha*  
*Victor Ferreira de Souza*  
*Wilma Inês de França Araújo*

Normalização bibliográfica  
*Renata Do Carmo Franca Seabra*

Revisão de texto  
*Wilma Inês de França Araújo*

Editoração eletrônica  
*André Luiz Garcia*

Foto da capa  
*Paulo Guilherme Salvador Wadt*

**Todos os direitos reservados.**

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

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**  
Embrapa Rondônia

---

Determinação dos teores de carbono orgânico em solos do Acre com diferentes  
procedimentos analíticos / Lucielio Manoel da Silva ... [et al]. – Porto Velho,  
RO: Embrapa Rondônia, 2021.

16 p.: il. color. – (Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento / Embrapa Ron-  
dônia, ISSN 1677-8618; 85).

1. Pedologia - Acre. 2. Carbono orgânico. 3. Química do solo. 4. Métodos  
analíticos. 5. Formação Solimões. I. Silva, Lucielio Manoel da. II. Rodrigues,  
Maria de Jesus Mendes. III. Tavares, Orlando Carlos Huertas. IV. Santos, Otavio  
Augusto Queiroz dos. V. Wadt, Paulo Guilherme Salvador. VI. Pereira, Marcos  
Gervasio. VII. Embrapa Rondônia. VIII. Série.

CDD (21. ed.) 631.41098112

## Sumário

---

Resumo .....	5
Abstract .....	7
Introdução.....	8
Material e Métodos .....	9
Resultados e Discussão .....	10
Conclusão.....	13
Referências .....	13

# Determinação dos teores de carbono orgânico em solos do Acre com diferentes procedimentos analíticos

*Lucielio Manoel da Silva<sup>1</sup>*

*Maria de Jesus Mendes Rodrigues<sup>2</sup>*

*Orlando Cralos Huertas Tavares<sup>3</sup>*

*Otavio Augusto Queiroz dos Santos<sup>4</sup>*

*Paulo Guilherme Salvador Wadt<sup>5</sup>*

*Marcos Gervasio Pereira<sup>6</sup>*

**Resumo** – Os teores de carbono orgânico total (COT) no solo podem ser determinados por técnicas que se baseiam tanto na combustão por via úmida quanto por via seca. No entanto, a primeira apresenta-se como uma técnica demorada, porém, largamente utilizado nos laboratórios brasileiros para análise de solos. O objetivo da presente pesquisa é analisar os teores de carbono orgânico de solos do Acre submetidos à diferentes procedimentos analíticos. As amostras foram submetidas a diferentes condições de tratamento sendo aquecidas e não aquecidas, maceradas e não maceradas, bem como variar a concentração do titulante, sendo empregadas seis diferentes formas de determinação do carbono. Verificou-se que todos os métodos empregados apresentaram alta e significativa correlação com o método de referência CHNS, porém o procedimento analítico para quantificação do COT que apresentou significativamente maior valor de correlação e  $R^2$  foi verificado entre o método com aquecimento a 170 °C e utilização de uma solução de sulfato ferroso amoniacal 0,2 mol L<sup>-1</sup>, sendo o ajuste matemático expresso pela equação  $y = 0,64x + 1,88$ .

<sup>1</sup> Engenheiro-agrônomo, doutor em Biotecnologia e Biodiversidade, analista da Embrapa Acre.

E-mail: lucielio.silva@embrapa.br

<sup>2</sup> Química, Mestre em Ciência, Inovação e Tecnologia, agente da polícia civil e vereadora do município do Bujari, E-mail: mariadejesusmsc@gmail.com

<sup>3</sup> Engenheiro-agrônomo, licenciado em Ciências Agrícolas, doutor em Fitotecnia.

E-mail: bolsista de Pós-Doutorado no Programa de Pós-Graduação em Agronomia – Ciência do Solo, Seropédica, RJ, ochtavares@gmail.com

<sup>4</sup> Engenheiro-agrônomo, mestre em Agronomia. E-mail: otavioqueiroz7@hotmail.com

<sup>5</sup> Engenheiro-agrônomo, D.Sc. em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Rondônia.

E-mail: paulo.wadt@embrapa.br

<sup>6</sup> Engenheiro-agrônomo, doutor em Agronomia – Ciência do Solo, professor da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. E-mail: mgervasiopereira01@gmail.com

**Termos de indexação:** Métodos analíticos, Formação Solimões, matéria orgânica.

## Organic carbon determination in Acre soils with different analytical procedures

**Abstract** – The soil total organic carbon (TOC) levels can be determined by techniques that are based on both wet and dry combustion. However, the first presents itself as a time-consuming technique, however, widely used in Brazilian laboratories for soil analysis. The objective of this research is to analyze the TOC of Acre soils submitted to different analytical procedures. The samples were submitted to different treatment conditions, being heated and not heated, macerated and not macerated, as well as varying the titrant concentration, using six different determining carbon ways. It was observed that all the methods employed showed a high and significant correlation with the reference method CHNS, however the analytical procedure for TOC quantifying that showed significantly higher correlation value and R<sup>2</sup> was verified between the method with heating at 170 ° C and utilization of a solution of ferrous ammonium sulfate 0.2 mol L<sup>-1</sup>, the mathematical adjustment being expressed by the equation  $y = 0.64x + 1.88$ .

Index terms: Analytical methods, Solimões Formation, organic matter.

## Introdução

---

O solo representa um dos principais reservatórios de carbono presente no planeta nos ecossistemas terrestres (Scharlemann et al., 2014), e a determinação do teor de carbono, presente nesse compartimento é de fundamental importância. O carbono presente no solo pode influenciar nos atributos físicos, químicos e biológicos e ainda indicar se o manejo que vem sendo realizado está contribuindo para o seu aumento ou por vezes contribuindo para o aumento das perdas desse elemento por oxidação ou associado a processos erosivos, dessa forma estratégias de manejo que favoreçam sua estabilização e/ou aumento devem ser estimuladas.

No Brasil são utilizadas diversas técnicas/métodos de análises de carbono orgânico (CO). Entre estes o método mais utilizado para análise de solo nos laboratórios brasileiros é o Walkley-Black (1934). O método consiste na redução do dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) por compostos de carbono e posterior determinação do ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) por meio da titulação pela oxirredução com  $\text{Fe}^{+2}$ . O método pode ainda ser realizado usando aquecimento por 30 minutos em blocos digestores a temperatura de 170 °C (Mendonça; Matos, 2017).

No entanto, apesar da boa exatidão com relação à oxidação da matéria orgânica mais reativa do solo (Sato, 2013), a oxidação úmida usando o dicromato de potássio, possui algumas desvantagens tais com: uso de reagentes caros em grandes quantidades, lentidão das análises, impactos ambientais, uma vez que os resíduos das análises contêm cromo e, portanto, requerem tratamentos adequados anterior ao seu descarte (Machado et. al., 2003; Morales; Silva, 2017).

Em função da necessidade de se gerar cada vez mais informações de maneira rápida e precisa, o que todo setor busca atualmente, o emprego de métodos que gerem resultados com adoção de tecnologia limpa, promovendo uma maior sustentabilidade ambiental. A determinação do conteúdo de carbono baseada no processo de combustão a seco com o emprego de analisador elementar CHNS, tem sido proposto como uma alternativa adicional aos métodos empregados.

Diante, o objetivo da presente pesquisa é analisar os teores de carbono orgânico de solos do Acre submetidos aos diferentes procedimentos analíticos.

## Material e métodos

As amostras utilizadas na presente pesquisa foram selecionadas na soloteca da Embrapa-Acre, sendo utilizadas 26 amostras com diferentes teores de carbono, as quais foram submetidas a cinco diferentes métodos de determinação do teor de carbono por via oxidação úmida e um por oxidação seca, conforme descritos na tabela 1.

**Tabela 1.** Descrições dos seis métodos usados na quantificação do teor de carbono em amostras de solos do estado do Acre

Métodos	Descrição
Primeiro	Pesou-se 0,5 g de solo após macerada em almofariz de porcelana em seguida, foi adicionado 10 mL de dicromato de potássio a 0,1667 mol L <sup>-1</sup> e 10 mL de ácido sulfúrico concentrado. Após as amostras serem completamente oxidadas, foi acrescentado 50 mL de uma solução de ácido fosfórico a 60% e 5 gotas da solução indicadora de ferroin e logo após tituladas com solução de sulfato ferroso amoniacal a 0,2 mol L <sup>-1</sup> .
Segundo	Foi adotado o mesmo procedimento do primeiro método, diferenciando-se apenas, no aquecimento das amostras por 30 minutos, em bloco digestor a 170 °C. Após a oxidação das amostras, esperou-se que estas esfriassem e adicionou-se 50 mL de uma solução de ácido fosfórico a 60% e 5 gotas da solução indicadora ferroin procedendo-se a titulação da mesma forma que a realizada no primeiro procedimento analítico.
Terceiro	O terceiro procedimento analítico, difere dos anteriores, pois não foi realizada a maceração das amostras. Todas as etapas posteriores foram similares as adotadas no primeiro procedimento.
Quarto	Foi realizado de forma similar ao terceiro método, no entanto neste as amostras foram aquecidas em bloco digestor a temperatura de 170 °C por 30 minutos. Após a oxidação das amostras, esperou-se que estas esfriassem, e as etapas posteriores foram iguais aos demais procedimentos descritos.
Quinto	Este se diferencia dos demais tanto na quantidade de amostra utilizada 1,0 g de solo, quanto na concentração do titulante utilizado 1,0 mol L <sup>-1</sup> , além de não ter sido realizado aquecimento.
Sexto	Nesse método foram utilizadas 25 mg de cada amostra após macerada em almofariz de ágata. Posteriormente, as amostras foram submetidas a uma temperatura de aproximadamente 1000 °C no aparelho CHNS. Nessa temperatura todo carbono é convertido em CO <sub>2</sub> que quando passa pelo detector do aparelho é convertido em porcentagem de carbono.

### **Análise estatísticas**

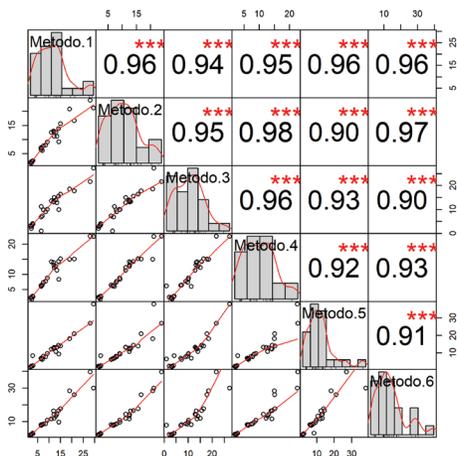
Os resultados foram analisados através da correlação de Pearson e a significância da relação verificada pelo teste t ( $p < 0,01$ ). Adicionalmente foi

feita a análise de regressão entre a melhor associação entre os métodos utilizados. As análises dos dados foram realizadas no software R (R Development Core Team, 2019).

## Resultados e discussão

Os resultados são apresentados na Figura 1. Verifica-se que houve correlação significativa ( $p < 0,01$ ) entre todos e métodos analisados e o método de referência, método 6 (CHNS), sendo que a maior foi para o método 2 em relação ao método 4 (0,98) e ao método de referência (0,97). Quando comparados todos os tratamentos ao método de referência o método 2 foi que apresentou maior valor de correlação.

Os diferentes tipos de pré-tratamento não influenciaram nos resultados encontrados, porém o maior valor de correlação foi verificado entre o método 2 e 6 (método referência), que consistiu no aquecimento das amostras por 30 minutos, em bloco digestor a 170 °C e titulação com solução de sulfato ferroso amoniacal a 0,2 mol L<sup>-1</sup> e o método de referência (CHNS) (Figura 1). Entretanto, para que o método 2 possa ser empregado em laboratórios de rotina e de pesquisa, é necessário verificar a existência de uma relação funcional com o método de referência (CHNS) para avaliar a sua exatidão.



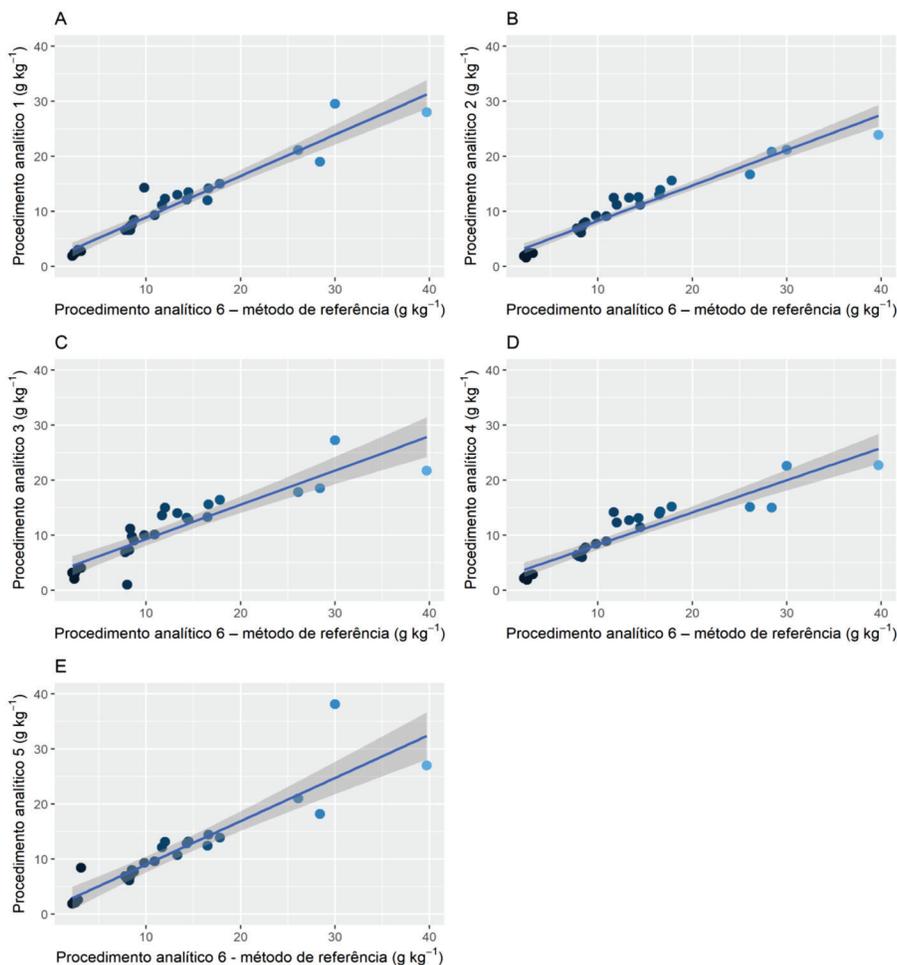
**Figura 1.** Matrix de correlação de Pearson, dispersão e valores de correlação entre os diferentes métodos de análise de COT empregados. Test t (\* $p < 0,05$ ; \*\* $p < 0,01$  e \*\*\* $p < 0,001$ ).

Foi verificada alta relação funcional entre os teores de COT determinados pelo método de referência e todos os métodos testados com a dispersão dos pontos em torno da reta foi baixa (Tabela 2; Figura 2). Porém, o método 2 foi o que apresentou o maior coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,94$ ) com o método de referência, sendo o ajuste matemático expresso pela equação  $y = 0,64x + 1,88$ , em que “y” é o teor de COT estimado pelo método 2 e “x” o teor de COT determinado pelo método de referência, ambos expressos em  $g\ kg^{-1}$  de COT (Figura 2).

**Tabela 2.** Resultados do ajuste de modelo de regressão linear aos pontos de dados entre os teores de C orgânico total (COT) de amostras de solos estudados por diferentes procedimentos analíticos. A: método de referência x método 1. B: método de referência x método 2. C: método de referência x método 3. D: método de referência x método 4 e, E: método de referência x método 5.

	Coefficientes	Estimativa	Erro padrão	valor t	Pr(> t )	
A) Método 1	$\beta_0$	1,44	0,69	2,10	0,0466	*
	$\beta_1$	0,75	0,04	17,05	$6,5 \times 10^{-15}$	***
	$R^2$	0,92				
B) Método 2	$\beta_0$	1,88	0,51	3,65	0,0013	**
	$\beta_1$	0,64	0,03	19,52	$3,1 \times 10^{-16}$	***
	$R^2$	0,94				
C) Método 3	$\beta_0$	3,11	0,95	3,28	0,0032	**
	$\beta_1$	0,62	0,06	10,23	$3,1 \times 10^{-10}$	***
	$R^2$	0,81				
D) Método 4	$\beta_0$	2,45	0,72	3,43	0,0022	**
	$\beta_1$	0,58	0,05	12,79	$3,3 \times 10^{-12}$	***
	$R^2$	0,87				
E) Método 5	$\beta_0$	1,20	1,13	1,06	0,2990	ns
	$\beta_1$	0,78	0,07	10,88	$9,3 \times 10^{-11}$	***
	$R^2$	0,83				

Coefficiente de determinação ( $R^2$ ), estimativa do coeficiente de interceptação ( $\beta_0$ ) e estimativa do coeficiente angular ( $\beta_1$ ), e valor de probabilidade (Pr) dos coeficientes do modelo de regressão linear,  $n = 26$ . Test t (não significativo <sup>(ns)</sup>; \* $p < 0,05$ ; \*\* $p < 0,01$  e \*\*\* $p < 0,001$ ).



**Figura 2.** Dispersão entre os teores de C orgânico total (COT) de amostras de solos estudados por diferentes procedimentos analíticos. A: método de referência x método 1. B: método de referência x método 2. C: método de referência x método 3. D: método de referência x método 4 e, E: método de referência x método 5.

Em estudo com solos do cerrado Sato et al. (2014) testaram vários métodos na quantificação de COT. Os autores verificaram que o método que apresentou a maior correlação ( $R^2=0,87$ ) com o método de referência (análise elemental) foi o Mebius. Semelhante ao método 2, empregado no presente estudo, que envolve aquecimento externo da mistura do dicromato com ácido sulfúrico,

o que proporciona maior oxidação da matéria orgânica e conseqüentemente maior teor de COT.

## Conclusões

---

Verifica-se que todos os métodos empregados apresentaram alto grau de correlação com o método de referência CHNS. O procedimento analítico para quantificação do COT que apresentou significativamente maior valor de correlação e determinação  $R^2$  foi verificado entre o método com aquecimento a 170 °C e utilização de uma solução de sulfato ferroso amoniacal 0,2 mol L<sup>-1</sup>, sendo o ajuste matemático expresso pela equação  $y = 0,64x + 1,88$ .

## Referências

---

MACHADO, P. L. O.; CAMPOS, A. C.; SANTOS, F. S. **Métodos de preparo de amostras e de determinação de carbono em solos tropicais**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2003. 9 p. (Embrapa Solos. Circular técnica, 19). Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/337126>. Acesso em: 20 ago. 2021.

MENDONÇA, E. S.; MATOS, E. S. **Matéria orgânica do solo: métodos de análises**. 2. ed. Viçosa, MG: UFV-Gefert, 2017. 221p.

MORALES, M. M.; SILVA, B. R. Tratamento de resíduos e disposição final. In: MENDONÇA, E. S.; MATOS, E. S. **Matéria orgânica do solo: métodos de análises**. 2. ed. Viçosa, MG: UFV-Gefert, 2017. p. 215-221.

R DEVELOPMENT CORE TEAM. R: a language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2019.

SATO, J. H. **Métodos para determinação do carbono orgânico em solos do Cerrado**. 2013. 90 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, Brasília, DF. Disponível em: [https://repositorio.unb.br/bitstream/10482/13795/1/2013\\_%20JulianaHiromiSato.pdf](https://repositorio.unb.br/bitstream/10482/13795/1/2013_%20JulianaHiromiSato.pdf). Acesso em: 20 ago 2021.

SATO, J. H.; FIGUEIREDO, C. C.; MARCHAO, R. L.; MADARI, B. E.; BENEDITO, L. E. C.; BUSATO, J. G.; SOUZA, D. M. Methods of soil organic carbon determination in Brazilian savannah soils. **Scientia Agricola**, v. 71, n. 4, p. 302-308, Aug. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1590/0103-9016-2013-0306>.

SCHARLEMANN, J. P.; TANNER, E. V.; HIEDERER, R.; KAPOV, V. Global soil carbon: understanding and managing the largest terrestrial carbon pool. **Carbon Management**, v. 5, n. 1, p. 81–91, 2014. DOI: <https://doi.org/10.4155/cmt.13.77>.

WALKLEY, A.; BLACK, I. A. An examination of Degtjareff method for determining soil organic matter, and proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, v. 37, n. 1, p. 29-38, Jan. 1934.

