

JOCIMAR MAURI

**DISPERSANTES QUÍMICOS NA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA
DE LATOSSOLOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA
MINAS GERAIS - BRASIL
2008

**Ficha catalográfica preparada pela Seção de Catalogação e
Classificação da Biblioteca Central da UFV**

T

M454d
2008

Mauri, Jocimar, 1981-

Dispersantes químicos na análise granulométrica de
latossolos / Jocimar Mauri. – Viçosa, MG, 2008.
xi, 46f. : il. (algumas col.) ; 29cm.

Inclui apêndice.

Orientador: Hugo Alberto Ruiz.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de
Viçosa.

Referências bibliográficas: f. 40-43.

1. Física do solo. 2. Dispersão. 3. Solos - Partículas -
Separação. 4. Partículas (Física, química, etc.).
5. Suspensões. 6. Diferenciação. 7. Processamento de
amostra. I. Universidade Federal de Viçosa. II. Título.

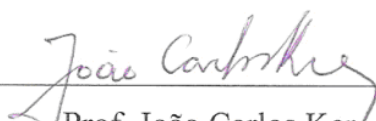
CDD 22.ed. 631.43

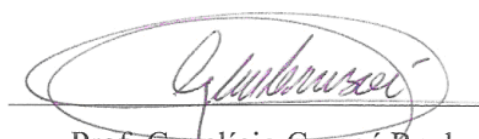
JOCIMAR MAURI


DISPERSANTES QUÍMICOS NA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE
LATOSSOLOS


Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.


APROVADA: 28 de novembro de 2008.


Prof. João Carlos Ker
(Co-orientador)


Prof. Genelício Crusóé Rocha


Dr. Guilherme Kangussú Donagemma


Prof. Luiz Eduardo Ferreira Fontes


Prof. Hugo Alberto Ruiz
(Orientador)

A toda a minha família, pelo apoio, colaboração, incentivo e pela confiança durante todos esses anos.

À minha mãe *Marlene* e ao meu pai *Antônio*, pelas orações, amor, carinho e exemplo de vida.

Aos meus irmãos *Janismar, Lucélia e João Antônio*, pelo apoio e incentivo.

Ao meu pequeno sobrinho e afilhado *João Pedro*, pelo amor e carinho que compartilhamos nesses anos.

Ao meu tio e grande amigo *Edson Marcio*, pelos bons conselhos, apoio e incentivos, sinto-me lisongeadado em compartilhar mais essa conquista.

Aos meus grandes amigos *José Dioenís e Alyson*, pela amizade e os momentos compartilhados.

Dedico

AGRADECIMENTOS

A Deus, por mais essa conquista concedida.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Solos, pela oportunidade oferecida para a realização deste curso.

À Coordenadoria de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo auxílio financeiro.

Ao professor Hugo Alberto Ruiz, pela orientação durante a realização deste trabalho.

Aos professores Raphael Bragança Alves Fernandes e João Carlos Ker, pela participação no trabalho realizado.

Aos demais professores do Departamento de Solos, pela atenção recebida e pela participação em minha formação.

A todos os funcionários do Departamento de Solos que contribuíram para a realização deste trabalho, em especial aos laboratoristas Cláudio, Fábio, Bené e Carlos Fonseca.

Ao Departamento de Fisiologia Vegetal, pela realização das medições de pressão osmótica, em especial ao professor Marco Antônio Oliva Cano e ao laboratorista Rogério.

Ao mestrando Diogo Mendes e ao meu estagiário estudante de graduação em agronomia Luiz Rogério, pela colaboração na realização das análises.

Ao pesquisador João Hebert da EMBRAPA Milho e Sorgo de Sete Lagoas - MG, pela colaboração na coleta dos solos utilizados no trabalho.

Aos amigos Ivan, Breno, Bruno, David e Diogo, pela amizade, pelas conversas enriquecedoras e pelo apoio recebido.

Aos amigos Marcio, Dioenis, Rony, Claudinei e Maurel, moradores da república durante o período do meu mestrado, pela amizade e colaboração nos momentos vividos juntos.

A Aline, pelo carinho, apoio e compreensão na fase final da minha dissertação.

As colegas freqüentadoras da república Roberta, Luciana e Rafaela, pela amizade e os momentos compartilhados.

A todos os colegas de Pós-Graduação, pela amizade e pelos momentos compartilhados.

BIOGRAFIA

JOCIMAR MAURI, filho de Antônio Eugênio Mauri e Marlene Mattiello Mauri, nasceu em 27 de março de 1981, em São Gabriel da Palha, ES.

Em setembro de 2006, graduou-se no curso de Engenharia Agrônômica pela Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.

Em outubro de 2006, iniciou o mestrado no Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, na Universidade Federal de Viçosa, sob a orientação do professor Hugo Alberto Ruiz.

CONTEÚDO

	Página
RESUMO	viii
ABSTRACT	x
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	4
2.1. Pré-tratamentos na análise granulométrica.....	4
2.1.1. Remoção de matéria orgânica.....	4
2.1.2. Remoção de óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados....	6
2.2. Dispersão da Amostra de Solo.....	7
2.2.1. Dispersão química.....	7
2.2.2. Dispersão física.....	9
2.3. Separação e Quantificação das Frações do Solo.....	10

3. MATERIAL E MÉTODOS	13
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	19
5. CONCLUSÕES	39
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	40
APÊNDICE	44

RESUMO

MAURI, Jocimar, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, novembro de 2008.
Dispersantes químicos na análise granulométrica de Latossolos.
Orientador: Hugo Alberto Ruiz. Co-Orientadores: Raphael Bragança Alves
Fernandes e João Carlos Ker.

O resultado mais acurado da análise textural é dependente da completa dispersão da amostra de solo e da manutenção da estabilidade da fase dispersa. Pode considerar que o pH elevado da solução é determinante na dispersão de solos com cargas dependentes de pH. Nas mesmas condições de pH e pressão osmótica, quanto maior o raio iônico hidratado do íon, mais efetiva será a dispersão de argilas, por incrementar a dupla camada difusa. Por último, a remoção de agentes cimentantes também incrementa a dispersão da amostra de solo. Em decorrência dessas afirmativas, foram testados compostos de Na^+ e Li^+ como dispersantes químicos alternativos, frente à solução de NaOH $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, com objetivo de lograr dispersão mais efetiva de forma a minimizar a presença de pseudocomponentes, fundamentalmente pseudo-silte, na análise granulométrica de Latossolos. O trabalho foi realizado utilizando amostras de oito Latossolos do Estado de Minas Gerais, selecionados por apresentarem diferentes materiais de origem e teores de óxidos de ferro. Os tratamentos foram dispostos segundo um delineamento em blocos casualizados, correspondendo a um arranjo

fatorial 8 x 2 x 7, com três repetições. Os fatores em estudo foram as amostras dos oito Latossolos, retiradas nos horizontes A e B e sete dispersantes. O NaOH foi utilizado como dispersante de referência, testando-se, adicionalmente soluções de LiOH, NaClO, [NaClO + NaOH], [HCl + NaOH], $(\text{NaPO}_3)_n$ e $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$. A dispersão mecânica foi realizada utilizando-se agitador rotatório tipo Wagner, regulado para 50 rotações por minuto, durante 16 horas. Os dispersantes alternativos foram comparados com NaOH por meio de teste de Dunnett. Utilizando a maior proporção de argila para identificar a efetividade dos dispersantes, nenhum deles igualou-se ao NaOH. Utilizando o sinal > para indicar maior efetividade, a seqüência determinada foi: $\text{NaOH} > [(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}] > [\text{HCl} + \text{NaOH}] > [\text{NaClO} + \text{NaOH}] > \text{LiOH} > (\text{NaPO}_3)_n > \text{NaClO}$. Dentre os dispersantes alternativos, destacou-se a solução de $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$, com resultados próximos aos do dispersante de referência, evidenciando a importância da elevação do pH até valores próximos de 12. A efetividade das outras soluções sódicas com pH elevado, [NaClO+NaOH] e [HCl+NaOH], foi reduzida pela elevação da pressão osmótica da solução, dificultando a dispersão da amostra de solo. O LiOH foi inferior ao dispersante de referência. Essa resposta é justificada pela tendência desse cátion alcalino, de formar ligações covalentes que bloqueiam cargas elétricas negativas do complexo de troca das argila, com diminuição da densidade de carga superficial. O $(\text{NaPO}_3)_n$ e NaClO foram os dispersantes menos efetivos, pelo menor pH das suas soluções. Pode concluir-se que a solução de NaOH é a mais efetiva para dispersar amostras de solos com argilas que apresentam capacidade de troca catiônica dependente do pH, ao favorecer o incremento de cargas negativas, a repulsão entre partículas e conseqüentemente a dispersão da amostra de solo, com valores relativamente baixos da pressão osmótica da suspensão.

ABSTRACT

MAURI, Jocimar, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, november 2008.
Dispersing chemicals in the granulometric analysis of Latosols. Adviser:
Hugo Alberto Ruiz. Co-Advisers: Raphael Bragança Alves Fernandes and
João Carlos Ker.

The most accurate textural analysis result is dependent on the soil sample's complete dispersal and maintenance of the dispersed phase's stability. The solution's high pH can be considered to be determinant in the dispersion of soils with pH dependent loads. Under the same pH and osmotic pressure conditions, the higher the ion's ionic hydrated radius, the more effective the clay dispersion will be, as a result of the increment of the diffuse double layer. Finally, the removal of cementing agents also increases soil sample dispersal. Thus, Na^+ and Li^+ compounds were tested as alternative dispersers against the solution $\text{NaOH } 0.01 \text{ mol L}^{-1}$, aiming to obtain a more effective dispersion so as to minimize the presence of pseudo-components, fundamentally pseudo-silt, in the granulometric analysis of Latosols. Samples of eight Latosols from the state of Minas Gerais were used, selected for presenting different materials of iron oxide origin and content. The treatments were arranged in a randomized block design, in an $8 \times 2 \times 7$ factorial scheme, and three repetitions. The factors studied were the eight Latosol samples, removed from horizons A and B and seven dispersers. NaOH

was used as a reference disperser, by additionally testing the solutions LiOH, NaClO, [NaClO + NaOH], [HCl + NaOH], $(\text{NaPO}_3)_n$ and $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$. Mechanical dispersion was performed using a Wagner type rotatory agitator, regulated for 50 rotations during 16 hours. The alternative dispersers were compared with NaOH by means of the Dunnett test. Using the highest clay proportion to identify the dispersers' effectiveness, none of them was equal to NaOH. Using the sign > to indicate greater effectiveness, the sequence determined was $\text{NaOH} > [(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}] > [\text{HCl} + \text{NaOH}] > [\text{NaClO} + \text{NaOH}] > \text{LiOH} > (\text{NaPO}_3)_n > \text{NaClO}$. Among the alternative dispersers, the $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$ solution stood out, with results close to those of the reference disperser, showing the importance of increasing the pH up to values close to 12. The effectiveness of the other sodium solutions with high pH, [NaClO+NaOH] and [HCl+NaOH], was reduced by increasing the osmotic pressure of the solution, making soil sample dispersion difficult. LiOH was lower than the reference disperser. Such response is justified by the tendency of this alkaline cation to form covalent bonds that block negative electric loads of the clay exchange complex, leading to a decrease of the superficial load density. $(\text{NaPO}_3)_n$ and NaClO were the least effective dispersers, due to the lower pH of their solutions. It can be concluded that the NaOH solution is the most effective in dispersing soil samples with clay presenting pH dependent cationic exchange capacity, favoring the increase of negative loads, repulsion between particles, and, consequently, soil sample dispersion with relatively low suspension osmotic pressure values.

1. INTRODUÇÃO

A textura representa as proporções das frações areia, silte e argila do solo. Sua determinação, realizada em laboratório, envolve pré-tratamentos, dispersão da amostra e separação e quantificação das frações texturais.

Os pré-tratamentos têm por objetivo remover os agentes cimentantes, orgânicos (substâncias húmicas) e inorgânicos (óxidos de ferro e de alumínio mal cristalizados e carbonatos, principalmente). Aplica-se também pré-tratamento para a remoção de agentes flocculantes, como no caso da análise granulométrica de solos afetados por sais, uma vez que a elevada concentração salina na solução do solo, reduz a dupla camada difusa e favorece a floculação. Nos Latossolos, os óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados são os principais agentes cimentantes inorgânicos. Os pré-tratamentos, ainda que contribuam para a quebra dos pequenos agregados de solo, não são utilizados na análise de rotina, iniciando-se a análise textural com a dispersão da amostra de solo.

Denomina-se dispersão a separação das partículas reunidas em agregados, em partículas individuais (areia, silte e argila). Essa fase da análise textural envolve a combinação de processos químicos e físicos. A dispersão química consiste na utilização de uma solução constituída de um cátion de maior poder dispersante, geralmente sódio. O sódio desloca os cátions presentes no complexo

de troca que favorecem a flocculação das argilas. Quando se usa NaOH 0,01 mol L⁻¹, como essa solução eleva o pH da suspensão até 12 e se mantém próximo a esse valor durante toda análise, isso favorece um incremento no número de cargas negativas dependentes do pH, favorecendo a dispersão pelo aumento do potencial eletrocinético do sistema, uma vez que ocorre uma repulsão das cargas, fazendo com que as partículas permaneçam dispersas. A dispersão física ou mecânica consiste na agitação da suspensão de solo, o que contribui para a quebra dos pequenos agregados. Como passo final, a separação das frações texturais é realizada por peneiramento, no caso da areia, e por sedimentação, para o silte e a argila.

O resultado mais acurado da análise textural é dependente da completa dispersão da amostra de solo e da manutenção da estabilidade da fase dispersa. Alguns Latossolos, sobretudo os mais oxidicos, podem apresentar problemas de dispersão, devido à presença de microagregados de alta estabilidade. Esses grupamentos, muito argilosos, nem sempre são totalmente quebrados pela dispersão química e mecânica, contribuindo, pelo seu tamanho, para superestimar a proporção de silte do solo analisado. Os microagregados desse tamanho constituem o pseudo-silte, que se diferencia do silte verdadeiro, por este último ser constituído por partículas simples, com diâmetros entre 0,05 e 0,002 mm. A utilização de dispersantes químicos mais efetivos, que contribuam para a remoção parcial dos agentes cimentantes ou para incrementar a dupla camada difusa, resultaria na maior dispersão e, conseqüentemente, na minimização da proporção de pseudo-silte dos Latossolos.

Diante deste contexto, o presente estudo apresenta como hipóteses que:

- O pH elevado da solução de referência (NaOH 0,01 mol L⁻¹) é determinante na dispersão de solos com elevada capacidade de troca catiônica dependente de pH.
- Considerando o mesmo pH:

- O Li^+ é dispersante químico mais efetivo que o Na^+ devido a seu maior raio iônico hidratado,
 - O NaClO é dispersante químico mais efetivo que o NaOH por oxidar parcialmente as substâncias orgânicas cimentantes,
 - O tratamento prévio com HCl permite uma dispersão mais efetiva por dissolver parcialmente os óxidos de Fe e Al mal cristalizados.
- As afirmativas previamente indicadas são condicionadas pela pressão osmótica da solução final, visto que seu incremento mais acentuado pode favorecer a floculação de argilas, diminuindo seu teor na suspensão.

O objetivo desse trabalho foi testar compostos de Na^+ e Li^+ como dispersantes químicos alternativos, frente à solução de NaOH $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, buscando alcançar uma dispersão mais efetiva, minimizando a presença de pseudocomponentes, fundamentalmente pseudo-silte, na análise granulométrica de Latossolos.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Pré-Tratamentos na Análise Granulométrica

A utilização de pré-tratamentos na remoção de matéria orgânica e óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados podem resultar na maior dispersão e, conseqüentemente, na minimização da proporção de pseudo-silte dos Latossolos, terminologia esta, utilizada por Donagemma (2000). Assim, incrementar-se-ia o teor de argila, quando comparado àquele da determinação, sem a realização de pré-tratamentos. Santana (1973), Menk & Oliveira (1974), Barreto (1986) e Donagemma et al. (2003) trabalhando com agitação rápida, a 12.000 rotações por minuto, durante 15 min; observaram aumentos expressivos na proporção de argila em resposta à aplicação de pré-tratamentos em Latossolos. Entretanto, na análise textural de rotina tais tratamentos geralmente não são utilizados, pelo tempo gasto e a observação que sua eficiência nem sempre é comprovada.

2.1.1. Remoção de matéria orgânica

A necessidade de remoção da matéria orgânica para realização de algumas análises físicas, químicas e mineralógicas tem sido postulada por diversos

autores, ao longo dos anos. Não obstante, Medina & Grohmann (1962) sugeriram que esse pré-tratamento poderia ser omitido na análise textural da maioria dos solos tropicais. Essa sugestão, com reflexos na complexidade e duração da análise, é baseada na premissa de que, com exceção dos solos hidromórficos, os teores de matéria orgânica são, em geral, inferiores a $0,05 \text{ kg kg}^{-1}$, mesmo considerando somente os horizontes A.

Diversos compostos já foram testados para remoção da matéria orgânica do solo. Em geral, utilizam-se agentes oxidantes, com destaque para o peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em meio ácido e o hipoclorito de sódio (NaClO) em meio alcalino. No entanto, o tratamento com NaClO remove mais matéria orgânica que o realizado com H_2O_2 (Anderson, 1963). O autor relatou que dentre os aspectos práticos importantes no tratamento da amostra com NaClO destacam-se a quase ausência de efervescência, presente na utilização do H_2O_2 , e a possibilidade de acompanhar o fim da reação de oxidação, pela permanência da coloração característica do NaClO (amarelo-clara) na solução sobrenadante.

Trabalhando com amostras de sete Latossolos do estado de Minas Gerais, Donagemma et al. (2003), aplicando pré-tratamento para remoção de matéria orgânica com NaClO (Anderson, 1963), observou aumentos expressivos nos teores de argila dos solos estudados. Contudo, esse método apresenta a desvantagem de exigir o uso de banho maria e centrífuga.

Em relação ao uso H_2O_2 como agente oxidante da matéria orgânica do solo (Embrapa, 1997), Tavares-Filho & Magalhães (2008), observaram que o uso desse pré-tratamento levou a uma maior dispersão de argila em 50 amostras de um Latossolo Vermelho eutroférico, localizado em Londrina (PR).

Em estudos de mineralogia de solos, a utilização do pré-tratamento com H_2O_2 apresenta a desvantagem adicional do baixo pH do meio, o que pode provocar uma dissolução parcial do alumínio estrutural das argilas (Douglas & Fiessinger, 1971).

2.1.2. Remoção de óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados

Nos solos das regiões tropicais úmidas, onde os teores de óxidos de ferro e alumínio são eventualmente elevados, a aplicação de tratamentos mais drásticos para remoção pode influenciar os resultados da análise granulométrica, ao provocar a dissolução parcial de óxidos de ferro e alumínio cristalinos que, pelo seu tamanho, integram a fração argila.

Assim, não é recomendável o tratamento da amostra com solução de ditionito-citrato de sódio, tamponada com bicarbonato de sódio a pH 7,3 (Mehra & Jackson, 1960). Esse tratamento foi originalmente proposto para solos característicos de climas temperados, em que os óxidos são considerados impurezas. A remoção é baseada na utilização de um redutor forte (ditionito) em pH básico.

Menk & Oliveira (1974) propuseram um pré-tratamento menos agressivo. Esses autores colocaram a amostra de solo em contato com HCl 1 mol L⁻¹, durante 24 h. A continuação lavaram sucessivamente com água destilada e, por último, procederam à dispersão com NaOH. Verificaram que o uso desse pré-tratamento levou à determinação de uma maior proporção de argila, principalmente nos solos mais oxidicos. O incremento na proporção de argila foi atribuído à remoção de óxidos de ferro cimentantes pela aplicação do HCl.

Porém, a concentração de 1 mol L⁻¹ HCl é relativamente elevada e sua utilização foi eventualmente questionada (Grohmann & Raij, 1977). Na procura de um pré-tratamento menos drástico e igualmente efetivo, Barreto (1986) utilizou solução de HCl 0,05 mol L⁻¹, sem lavagens posteriores, constatando considerável incremento nos teores de argila dos Latossolos avaliados e classificados naquela época como Latossolo Vermelho-Escuro, Roxo e Ferrífero.

Também trabalhando com HCl 0,05 mol L⁻¹, Donagemma et al., (2003), utilizando amostras de sete Latossolos do estado de Minas Gerais, observaram acréscimo nos teores de argila nas amostras tratadas. Nesse mesmo trabalho, o autor testou o uso de pré-tratamento para remoção de matéria orgânica, através de NaClO, e também o uso de ambos os pré-tratamentos. Os mesmos verificaram

que não houve uma resposta cumulativa à aplicação dos dois pré-tratamentos em análise. Assim, na opção por um desses pré-tratamentos, escolher-se-ia a remoção dos óxidos de ferro e de alumínio mal cristalizados, que levou a valores normalmente superiores do teor de argila e apresentou menos inconvenientes para sua utilização em análises de rotina.

2.2. Dispersão da Amostra de Solo

2.2.1. Dispersão química

No que diz respeito à dispersão química, o pH do meio é de grande importância na dispersão das argilas, que apresentam cargas dependentes de pH. Neste caso a dispersão será facilitada por valores de pH superiores àqueles do ponto de carga zero (PCZ). Nessas condições, eleva-se a proporção de cargas negativas dependentes do pH e, conseqüentemente, incrementa-se a repulsão entre as partículas. A presença de óxidos de ferro e alumínio, os quais apresentam PCZ elevados, entre 7 e 9 os óxidos de ferro (Schwertmann & Taylor, 1989), e entre 8 e 9,2 os óxidos de Al (Hsu, 1989), leva o PCZ médio do solo a valores próximos de seu pH, o que dificulta a dispersão das partículas (Raij & Peech, 1972). Tal fato é de importância particular para os solos de regiões tropicais úmidas, principalmente para os Latossolos que apresentam argilas com carga variável e, portanto, são dependentes de pH. Além disso, por causa da elevada proporção de Al trocável, nesses solos o NaOH é o dispersante mais utilizado (Medina & Grohmann, 1962; Freire, 1963; Vettori & Pierantoni, 1968). A elevação do pH aumenta o número de cargas negativas dependentes do pH e, também, precipita o Al como $\text{Al}(\text{OH})_3$, diminuindo a pressão osmótica da solução, com conseqüente melhora na dispersão.

Como há necessidade de conseguir suspensões estáveis, eleva-se o potencial zeta, pela substituição dos cátions do complexo de troca por um cátion dispersante, monovalente e de elevado raio iônico hidratado (Kirkham & Powers, 1972). Tal procedimento leva à expansão da dupla camada difusa. Portanto,

quando o complexo de troca estiver saturado com sódio haverá condição favorável à dispersão. Contudo, concentrações elevadas na solução de equilíbrio levam à diminuição do potencial osmótico, podendo promover a compressão da dupla camada difusa e, conseqüentemente, a floculação.

Para obter uma suspensão de solo efetivamente dispersa, há necessidade de substituir os cátions floclantes, como Al^{+3} , Ca^{+2} , Mg^{+2} , freqüentemente encontrados saturando as argilas, por cátions monovalentes de maior raio iônico hidratado. Na dispersão, a seqüência $Li^{+} > Na^{+} > K^{+} > Rb^{+} > Cs^{+}$ indica a ordem decrescente de eficiência para amostras de solos (Baver et al., 1972).

Na dispersão química, os agentes dispersantes mais utilizados são os compostos de Na, como o hexametáfosfato e o hidróxido de sódio. A escolha do dispersante dependerá dos cátions presentes no complexo de troca e da relação entre cargas permanentes e cargas dependentes do pH nos minerais da fração argila. Em solos salinos e solos com elevados teores de Ca^{+2} e Mg^{+2} e/ou predominância de cargas permanentes que apresentam dificuldade na estabilização da suspensão, o hexametáfosfato de sódio é o dispersante mais indicado. Esse sal fornece o Na^{+} necessário à dispersão e também diminui a pressão osmótica da solução, por precipitação dos fosfatos ligados aos cátions alcalino terrosos (Baver et al., 1972).

Como indicado, o hidróxido de sódio é o dispersante mais utilizado na análise textural de solos característicos de regiões tropicais e úmidas (Medina & Grohmann, 1962; Freire, 1963; Vettori & Pierantoni, 1968). Nesses solos, o incremento de cargas negativas com a elevação e manutenção do pH em valores elevados é fundamental para estabilizar a suspensão.

Procurando identificar a concentração de NaOH mais adequada para a dispersão de amostras de solos, Jucksch et al. (1995) testaram concentrações na faixa de 0,003 a 0,1 mol/L, utilizando agitação rápida, a 12.000 rotações por minuto, durante 15 min; em amostras de quatro classes de solos, dois gibbsíticos (Latosolo Vermelho-Escuro distrófico e Latosolo Vermelho-Amarelo distrófico) e dois caulíníticos (Latosolo Amarelo e "Podzólico Amarelo" que na atual classificação chama-se Argissolo Amarelo). Os autores concluíram que,

para os solos estudados, a concentração de 0,01 mol L⁻¹ foi a mais efetiva na dispersão da fração argila e na estabilidade da suspensão, o que confirma a eficiência dessa concentração, indicada para análises de rotina (EMBRAPA, 1979).

O LiOH, pelo maior raio iônico hidratado do Li⁺ em relação ao Na⁺, possivelmente apresentaria vantagens sobre o NaOH na dispersão de Latossolos. Entretanto, Donagemma et al. (1998) ao testarem em agregados de um Latossolo Vermelho-Escuro o LiOH, em concentração equivalente a do NaOH habitualmente utilizada na rotina (EMBRAPA, 1997), não obtiveram sucesso. Os autores, observaram que nas amostras avaliadas o LiOH foi menos eficiente que o NaOH na dispersão de argila, quando comparados na mesma concentração. Assim, concluíram que havia necessidade de continuar os trabalhos com esse dispersante, para estabelecer as condições mais adequadas de utilização do LiOH na análise textural.

2.2.2. Dispersão física

Normalmente, utilizam-se dois tipos de agitação na dispersão física: a rápida, a 12.000 rotações por minuto, durante 15 min, em agitador vertical; e a lenta, a 25-30 rotações por minuto, durante 12 h (Grohmann & Raij, 1977).

Tavares-Filho & Magalhães (2008) compararam o processo de agitação lenta por 16 h com agitador orbital de mesa a 30 rotações por minuto, mais 30 g de areia grossa (diâmetro > 1,00 mm) como abrasivo, frente ao processo de agitação rápida por 20 min com agitador do tipo coqueteleira a 12.000 rotações por minuto. Na análise de 50 amostras de um Latossolo Vermelho eutroférico, localizado em Londrina (PR), a agitação lenta mostrou-se mais efetiva ao permitir determinar maior proporção de argila por este método de dispersão física.

No Laboratório de Física do Solo do Departamento de Solos da Universidade Federal de Viçosa (LFS/UFV) utiliza-se agitador rotatório tipo Wagner, regulado para 50 rotações por minuto, durante 16 h (Ruiz, 2005a).

Outra opção de dispersão mecânica é a utilização do ultra-som (Genrich & Bremner, 1972). A dispersão ultra-sônica é baseada na transmissão de ondas de vibração na solução de solo. Essas ondas produzem bolhas microscópicas, que colapsam e, conseqüentemente, liberam energia em elevada frequência, o que contribui para quebrar os agregados.

2.3. Separação e Quantificação das Frações do Solo

Para quantificar as frações do solo, há necessidade de separá-las previamente. Dependendo do tamanho, utiliza-se o peneiramento, para as frações areia grossa e areia fina, e a sedimentação, para as frações silte e argila. Em se tratando da estimativa do tempo de sedimentação da fração silte, restringindo a porção superior da suspensão às partículas de argila, utiliza-se a Lei de Stokes, com algumas aproximações, que permitem sua utilização para o caso específico das partículas de solo (Khonke, 1969). A separação por peneiramento leva a resultados de maior confiabilidade, porém a separação por sedimentação se impõe na diferenciação das frações silte e argila, por não haver peneiras de 0,002 mm.

Geralmente, a proporção da fração silte no sistema é calculada por subtração das outras frações em relação à amostra original (EMBRAPA, 1979, 1997). Esse procedimento tem o inconveniente de incluir todos os erros da determinação nessa fração. No LFS/UFV, realiza-se uma coleta adicional da suspensão (silte + argila), o que incrementa a exatidão da determinação (Ruiz, 2005b).

Na segunda edição do Manual de Métodos de Análise de Solo (EMBRAPA, 1997), as proporções (x_i) de areia fina (AF), areia grossa (AG), argila (Arg) e silte (S) são calculados da seguinte forma:

$$x_{AF} = M_{AF} \frac{1}{M_{TFSA}} \quad (1)$$

$$x_{AG} = \left[M_{(AF+AG)} - M_{AF} \right] \frac{1}{M_{TFSA}} \quad (2)$$

$$x_{\text{Arg}} = \left[M_{(\text{Arg}+\text{D})} - M_{\text{D}} \right] \frac{V_{\text{T}}}{V_{\text{C}}} \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} \quad (3)$$

$$x_{\text{S}} = 1 - (x_{\text{AG}} + x_{\text{AF}} + x_{\text{Arg}}) \quad (4)$$

em que M é a massa (g) das frações do solo, da terra fina seca ao ar (TFSA) e do dispersante (D); V_{T} , o volume total da dispersão (mL); e V_{C} , o volume coletado (mL).

As proporções calculadas com as equações de 1 a 4 não levam em consideração a umidade residual da TFSA. Na realidade, os resultados obtidos deveriam ser multiplicados por um fator f de modo a referi-los à terra fina seca em estufa (TFSE) (Vettori, 1969):

$$f = \frac{M_{\text{TFSA}}}{M_{\text{TFSE}}} \quad (5)$$

A primeira edição do manual da EMBRAPA (1979) incluía o fator f no cálculo das frações areia fina, areia grossa e argila, diminuindo o erro introduzido no cálculo da fração silte. As equações 1, 2 e 3 eram apresentadas assim:

$$x_{\text{AF}} = M_{\text{AF}} \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} f \quad (6)$$

$$x_{\text{AG}} = \left[M_{(\text{AF}+\text{AG})} - M_{\text{AF}} \right] \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} f \quad (7)$$

$$x_{\text{Arg}} = \left[M_{(\text{Arg}+\text{D})} - M_{\text{D}} \right] \frac{V_{\text{T}}}{V_{\text{C}}} \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} f \quad (8)$$

e a fração silte calculada conforme a equação 4.

No LFS/UFV, a coleta da fração (silte + argila) leva à determinação de uma massa adicional $[M_{(\text{S}+\text{Arg})}]$. Por outro lado, as massas das frações areia grossa e areia fina são determinadas separadamente. Assim, a fração areia fina é calculada pela equação 6, a fração argila, pela equação 8, e as frações restantes, pelas equações:

$$x_{\text{AG}} = M_{\text{AG}} \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} f \quad (9)$$

$$x_{(\text{S}+\text{Arg})} = \left[M_{(\text{S}+\text{Arg}+\text{D})} - M_{\text{D}} \right] \frac{V_{\text{T}}}{V_{\text{C}}} \frac{1}{M_{\text{TFSA}}} f \quad (10)$$

$$x_S = x_{(S+Arg)} - x_{Arg} \quad (11)$$

A somatória das proporções de todos os componentes de um sistema deve ser, necessariamente, igual à unidade ($\sum x_i = 1$). No entanto, normalmente, o valor exato não é alcançado. Assim, recalculam-se as proporções de forma a atingir o valor unitário, utilizando as expressões:

$$x'_{AG} = \frac{x_{AG}}{\sum x_i} \quad (12)$$

$$x'_{AF} = \frac{x_{AF}}{\sum x_i} \quad (13)$$

$$x'_S = \frac{x_S}{\sum x_i} \quad (14)$$

$$x'_{Arg} = \frac{x_{Arg}}{\sum x_i} \quad (15)$$

Os cálculos sugeridos por EMBRAPA (1979) superestimam a proporção da fração silte, que acumula a totalidade dos erros da determinação. Esse valor é ainda maior no método descrito por EMBRAPA (1997), por se omitir o uso do fator f , que permite a correção das determinações para terra fina seca em estufa. Assim, pode-se concluir que a coleta da suspensão (silte + argila) e a seqüência de cálculos apresentados por Ruiz (2005b) levam a resultados mais adequados da análise granulométrica.

3. MATERIAL E MÉTODOS

Foram utilizadas amostras dos horizontes A e B de oito Latossolos do Estado de Minas Gerais, selecionados por apresentarem diferentes materiais de origem e diferentes teores de óxidos de ferro e alumínio (Quadro 1). As amostras foram coletadas, secas ao ar, passadas em peneira de 2 mm e caracterizadas física e quimicamente (Quadro 2).

Os tratamentos foram dispostos segundo um delineamento em blocos casualizados, correspondendo a um arranjo fatorial $8 \times 2 \times 7$, com três repetições. Os fatores em estudo foram as amostras dos oito Latossolos indicados (Quadro 1), retiradas nos horizontes A e B e sete dispersantes (Quadro 3).

O NaOH $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ normalmente utilizado na análise granulométrica, foi considerado dispersante de referência. A composição dos dispersantes alternativos foi ajustada de forma a igualar a concentração ou o pH da solução de referência. Esse ajuste foi realizado numa etapa preliminar, determinando-se as concentrações de sódio ou de lítio por fotometria de emissão de chama e o pH, por potenciometria. Em acréscimo determinou-se o potencial osmótico das sete soluções em estudo, por microcrioscopia.

As análises granulométricas foram realizadas segundo a rotina do LFS/UFV:

Quadro 1. Identificação dos oito Latossolos de Minas Gerais

Codificação	Classe de Solo	Material de Origem	Localização	Latitude	Longitude	Altitude
						m
LVj1	Latossolo Vermelho perférrico	Itabirito	Nova Lima	-20°07'08,71"	-43°57'57,62"	777
LVj2	Latossolo Vermelho perférrico	Tufito e Conglomerados Cineríticos	Patos de Minas	-18°38'08,10"	-46°27'32,16"	925
LVw	Latossolo Vermelho acriférrico	Tufito e Conglomerados Cineríticos	Patos de Minas	-18°42'27,37"	-46°27'12,23"	901
LVdf1	Latossolo Vermelho distroférrico	Anfibolito	Abre Campo	-20°17'58,02"	-42°28'32,82"	548
LVdf2	Latossolo Vermelho distroférrico	Gabro	Lavras	-21°13'54,70"	-44°58'23,10"	919
LVAdf1	Latossolo Vermelho-Amarelo distroférrico	Gnaisse	Viçosa	-20°45'32,78"	-42°52'33,65"	720
LVAdf2	Latossolo Vermelho-Amarelo distroférrico	Cobertura argilosa sobre tufito	São Gotardo	-19°17'09,85"	-46°09'15,15"	1139
LVA	Latossolo Vermelho Amarelo	Calcário	Paraopeba	-19°15'12,88"	-44°23'36,92"	769

Quadro 2. Densidade de partículas e caracterização química das amostras dos horizontes A e B dos oito Latossolos

Característica	LVj1		LVj2		LVw		LVdf1		LVdf2		LVAdf1		LVAdf2		LVA	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Densidade de partículas (kg dm ⁻³) ^{1/}	3,64	3,64	3,34	3,39	2,90	2,99	2,63	2,74	2,67	2,82	2,60	2,67	2,60	2,78	2,41	2,53
pH (1:2,5)	6,0	5,5	5,8	4,8	5,3	5,0	5,1	5,0	5,7	4,8	4,9	5,0	5,3	6,7	5,3	5,3
K (mg dm ⁻³) ^{2/}	34	4	75	5	53	15	55	9	30	3	50	3	77	15	158	32
Ca (cmol _c dm ⁻³) ^{3/}	0,77	0,13	1,03	0,06	0,16	0,03	0,43	0,11	0,08	0,04	0,26	0,03	0,40	0,05	14,54	1,05
Mg (cmol _c dm ⁻³) ^{3/}	0,16	0,00	0,08	0,00	0,06	0,00	0,19	0,00	0,01	0,00	0,04	0,00	0,06	0,00	0,91	0,09
Al (cmol _c dm ⁻³) ^{3/}	0,00	0,00	0,10	0,00	0,19	0,10	1,35	0,67	0,96	0,00	1,25	0,19	0,10	0,00	0,00	2,41
H + Al (cmol _c dm ⁻³) ^{4/}	10,5	2,1	9,5	4,5	7,3	5,6	14,2	8,6	11,1	1,3	11,6	4,0	8,9	4,1	3,3	8,6
Fe ditionito (dag kg ⁻¹) ^{5/}	17,85	17,49	14,83	15,36	13,69	13,57	10,98	10,57	9,33	9,12	4,55	4,86	6,55	7,19	3,86	4,58
Ataque sulfúrico :																
Fe ₂ O ₃ (dag kg ⁻¹)	53,8 ^{6/}	57,9 ^{6/}	40,6 ^{6/}	41,1 ^{6/}	27,6 ^{6/}	28,0 ^{6/}	16,7 ^{7/}	18,7 ^{7/}	16,1 ^{8/}		26,5 ^{8/}		14,7 ^{7/}	14,5 ^{7/}		nd ^{9/}
SiO ₂ (dag kg ⁻¹)	0,9 ^{6/}	1,2 ^{6/}	3,7 ^{6/}	3,1 ^{6/}	4,2 ^{6/}	4,2 ^{6/}	8,5 ^{7/}	10,7 ^{7/}	8,5 ^{8/}		20,40 ^{8/}		4,3 ^{7/}	4,0 ^{7/}		nd ^{9/}
Al ₂ O ₃ (dag kg ⁻¹)	13,6 ^{6/}	16,1 ^{6/}	16,2 ^{6/}	14,3 ^{6/}	22,2 ^{6/}	23,9 ^{6/}	20,5 ^{7/}	21,2 ^{7/}	43,8 ^{8/}		19,07 ^{8/}		30,2 ^{7/}	29,7 ^{7/}		nd ^{9/}
Ki	0,11 ^{6/}	0,13 ^{6/}	0,39 ^{6/}	0,37 ^{6/}	0,32 ^{6/}	0,30 ^{6/}	0,70 ^{7/}	0,86 ^{7/}	0,33 ^{8/}		1,91 ^{8/}		0,24 ^{7/}	0,23 ^{7/}		nd ^{9/}
Kr	0,03 ^{6/}	0,04 ^{6/}	0,15 ^{6/}	0,13 ^{6/}	0,18 ^{6/}	0,17 ^{6/}	0,46 ^{7/}	0,55 ^{7/}	0,27 ^{8/}		0,96 ^{8/}		0,18 ^{7/}	0,17 ^{7/}		nd ^{9/}

^{1/} Método do balão volumétrico (EMBRAPA, 1997). ^{2/} Extrator Mehlich-1 (EMBRAPA, 1997). ^{3/} Extrator KCl 1 mol L⁻¹ (EMBRAPA, 1997). ^{4/} Extrator acetato de cálcio 0,5 mol L⁻¹ pH7 (EMBRAPA, 1997). ^{5/} Mehra & Jackson, 1960. ^{6/} VII RCC/MG. ^{7/} Fernandes, 2000. ^{8/} Donagemma, 2000. ^{9/} Não disponível.

Quadro 3. Concentração, pH e pressão osmótica do dispersante de referência e dispersantes químicos alternativos

Dispersante	Concentração ^{1/}	pH ^{1/}	Pressão Osmótica
	mol L ⁻¹		MPa
NaOH	0,01	12	?
LiOH	0,01	?	?
NaClO	0,01	?	?
NaClO + NaOH	0,01 + ?	12	?
HCl* + NaOH ^{2/}	0,005 + 0,015	?	?
(NaPO ₃) _n	0,01	?	?
(NaPO ₃) _n + NaOH	0,01 + ?	12	?

^{1/} Concentração e pH referem-se à solução final com volume igual a 500 mL.

^{2/} A solução de NaOH será incorporada 8 h após adição da solução de HCl.

* Pré-tratamento, seguido de dispersão

? Valores a serem medidos

- Foram pesados aproximadamente 10 g de terra fina seca ao ar, com aproximação de 0,01 g, em garrafas plásticas de 600 mL;
- Em seguida, acrescentou-se a solução concentrada de cada dispersante e água deionizada, até completar volume de 50 mL de solução;
 - Nas amostras de solo que receberam HCl e NaOH, a incorporação foi seqüencial. As 8 h foram incorporados 10 mL de HCl 0,25 mol_c L⁻¹, e 15 mL de água deionizada, atuando como pré-tratamento para remoção de óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados, seguido da dispersão com NaOH, onde as 16 h foram acrescentados 25 mL de NaOH 0,3 mol_c L⁻¹;
- As garrafas foram agitadas, a partir das 16 h, durante 16 h em agitador rotatório tipo Wagner, a 50 rpm;
- Logo, passou-se a suspensão para proveta de 500 mL através de peneira de malha de 0,053 mm, forçando a passagem do material (silte + argila) com jatos de água (pisseta). Completou-se o volume da proveta até o aferimento, com o auxílio da pisseta;

- A suspensão foi agitada durante 20 s com bastão e, imediatamente, coletou-se um volume de 25 mL utilizando pipeta aferida. A suspensão (silte + argila) foi colocada em béquer de 50 mL, previamente tarado com aproximação de 0,0001 g, levado à estufa a 100°C, durante 48 h. Logo foi retirado, colocado em dessecador até temperatura ambiente e pesado com aproximação de 0,0001 g;
- Determinou-se a temperatura da suspensão remanescente (475 mL) e, por meio da Equação de Stokes, foi calculado o tempo necessário para a sedimentação do silte nos 5 cm superiores da proveta de acordo com a densidade de partícula de cada solo em estudo (Quadro 2). A suspensão foi agitada durante 20 s com um bastão e deixada em repouso pelo tempo estabelecido;
- Decorrido o tempo calculado, foi então introduzida uma pipeta aferida de 25 mL, até a profundidade de 5 cm, e coletada a suspensão (argila). Essa suspensão foi transferida para béquer de 50 mL, previamente tarado com aproximação de 0,0001 g, levado à estufa a 100°C, durante 48 h. Logo foi retirado, colocado em dessecador até temperatura ambiente e pesado com aproximação de 0,0001 g;
- O material retido na peneira de malha de 0,053 mm (areia) foi passado, com auxílio de jato de água, através de peneira de malha de 0,210 mm, separando a areia grossa (2,00-0,210 mm) da areia fina (0,210-0,053 mm). Cada fração foi transferida para béquer previamente tarado com aproximação de 0,01 g, levado à estufa a 100°C, durante 48 h. Logo foi retirado, colocado em dessecador até temperatura ambiente e pesado com aproximação de 0,01 g.

Nas amostras que receberam NaClO foi determinado o carbono orgânico total (Yeomans & Bremner, 1988) e nas tratadas com HCl, o ferro extraído por oxalato de amônio (McKeague & Day, 1966). No preparo das amostras utilizou-se a mesma seqüência indicada para a análise granulométrica com esses dispersantes. Porém, após o período de agitação de 16 h a 50 rpm, a suspensão de 50 mL de solo foi levada a estufa de ventilação forçada, a 60°C, deixando-a o tempo necessário para secar totalmente. Na testemunha utilizou-se o mesmo

procedimento, substituindo a solução do dispersante por 50 ml de água deionizada. Após secagem, o solo remanescente foi macerado em almofariz e passado na peneira apropriada, realizando-se as análises indicadas. Na testemunha determinou-se o carbono orgânico total e o ferro extraído por solução de oxalato de amônio.

Para avaliação dos resultados foi realizada análise de variância. Em seguida aplicou-se o teste de Dunnett para identificar diferenças estatisticamente significativas na comparação com o dispersante de referência, NaOH 0,01 mol L⁻¹. Realizaram-se também correlações para comparar algumas variáveis dependentes.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O ajuste das concentrações e pH dos dispersantes alternativos, prévio às análises granulométricas com amostras dos oitos solos e dois horizontes, foi realizado tomando-se como referência a solução de NaOH 0,01 mol L⁻¹. Os valores correspondentes são apresentados no quadro 4, que inclui também a pressão osmótica das soluções testadas.

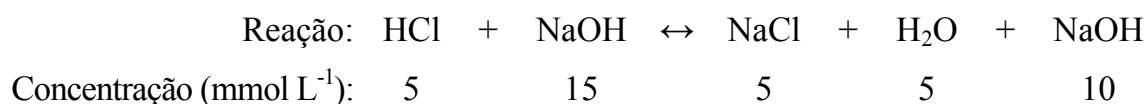
Observa-se que o pH da solução de referência, teoricamente igual a 12, foi de 11,8. A diminuição desse valor pode ser justificada pelo grau de pureza do reagente utilizado. Naturalmente, o NaOH reage com o CO₂ produzindo Na₂CO₃. As soluções desse sal, produto da reação, são menos alcalinas que as do hidróxido.

As soluções de NaClO e de (NaPO₃)_n, sem acréscimo de NaOH, mostraram valores inferiores ao de referência. Alcalino no primeiro caso, por tratar-se de um sal originado da combinação de um ácido fraco e uma base forte. Próxima à neutralidade, no segundo, devido a reação entre ácido e base fortes. Note-se que o pH determinado, de 6,6, é próximo daquele observado na água deionizada, após equilíbrio com o dióxido de carbono do ar atmosférico.

A pressão osmótica é uma das quatro propriedades coligativas das dissoluções e seu valor está diretamente relacionado com a concentração do

soluto não volátil no solvente volátil. Não obstante, o grau de ionização do soluto influencia o valor dessa pressão (Barrow, 1968). O quadro 4 mostra que, para concentrações iguais, NaOH, LiOH e NaClO apresentam valores muito próximos. O $(\text{NaPO}_3)_n$, menos ionizado, mostra resultados inferiores de pressão osmótica. Nas soluções resultantes das misturas de dois solutos verifica-se que a pressão osmótica é aditiva em $(\text{NaClO} + \text{NaOH})$. Com os dados do quadro 4 calcula-se a pressão osmótica dessa solução somando a contribuição dos dois solutos: $0,045 \times 0,0109/0,0100 (\text{NaOH}) + 0,048 (\text{NaClO}) = 0,097$. Essa aditividade não é verificada integralmente na solução $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$ pois a presença do NaOH restringe a ionização do $(\text{NaPO}_3)_n$.

Na solução de HCl, o posterior acréscimo de NaOH provocou a reação de formação do sal NaCl. A concentração final de solutos é de $0,015 \text{ mol}_c \text{ L}^{-1}$, resultante da contribuição do NaCl ($0,005 \text{ mol}_c \text{ L}^{-1}$) e do NaOH restante ($0,010 \text{ mol}_c \text{ L}^{-1}$):



A pressão osmótica determinada para esta solução (Quadro 4) é coerente com a concentração final de solutos não voláteis $(\text{NaCl} + \text{NaOH})$.

Quadro 4. Concentração e pH das soluções dos dispersantes químicos alternativos ajustados aos valores da solução de referência e pressão osmótica das soluções utilizadas

Dispersante	Concentração ^{1/} mol L ⁻¹	pH ^{1/}	Pressão Osmótica MPa
NaOH	0,01	11,8	0,045
LiOH	0,01	11,8	0,044
NaClO	0,01	8,6	0,048
NaClO + NaOH	0,01 + 0,0109	11,8	0,097
HCl + NaOH ^{2/}	0,005 + 0,015	11,8	0,063
$(\text{NaPO}_3)_n$	0,01	6,6	0,021
$(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}$	0,01 + 0,01	11,8	0,056

^{1/} Concentração e pH referem-se à solução final com volume igual a 500 mL.

^{2/} A solução de NaOH foi incorporada 8 h após adição da solução de HCl.

Na análise granulométrica, após separação das areias, aferimento do volume final a 500 mL e homogeneização da suspensão (silte + argila), determinou-se, imediatamente, o pH da suspensão (Quadro 5). Para verificar as variações de pH nas 16 amostras analisadas, correspondentes a oito solos e dois horizontes, realizou-se estatística exploratória, determinando-se média, desvio-padrão, valores extremos e coeficiente de variação (Quadro 6). Para comparação, o quadro 6 inclui a estatística simples do pH da caracterização das amostras de solo, com valores extraídos do quadro 2.

O quadro 5 mostra que o pH das suspensões foi igual ou inferior ao do dispersante de referência. Consistentemente inferiores nos dispersantes cujas soluções já apresentavam essa característica, NaClO e $(\text{NaPO}_3)_n$ (Quadro 4) e ocasionalmente, em outros dois $\{\text{LiOH}$ e $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]\}$. Comparando o pH da solução pura (Quadro 4) e o pH médio da suspensão (silte + argila) (Quadro 6) verifica-se que, com exceção do $(\text{NaPO}_3)_n$, o pH da suspensão foi sempre inferior ao das soluções puras. Essa diminuição é coerente com o pH dos solos determinados na caracterização (Quadro 6). A pouca alteração registrada quando utilizado o $(\text{NaPO}_3)_n$ é motivada pelos valores próximos do pH da solução e da caracterização (Quadros 4 e 6).

Procurando associar o pH original do solo e o pH das suspensões determinaram-se, para cada horizonte, coeficientes de correlação linear simples entre essas duas variáveis (Quadro 7). Houve um único valor significativo, no horizonte A, quando relacionado o pH do solo com o pH das suspensões que receberam o $(\text{NaPO}_3)_n$ como dispersante. Esse reagente, como indicado no quadro 4, foi o de pH mais próximo ao determinado na caracterização dos solos. Isso indica que, em geral, o pH do solo não influencia o pH da suspensão (silte + argila). A alcalinidade dos reagentes utilizados, é pouco alterada pela acidez dos solos analisados.

No quadro 7 são apresentados, também, coeficientes de correlação linear simples determinados por comparação do pH das suspensões dos dispersantes alternativos com o do dispersante de referência. Eventuais valores significativos foram calculados para aqueles dispersantes que apresentaram soluções de pH mais elevado.

Quadro 5. pH da suspensão (silte + argila) após aferimento a 500 mL das amostras dos horizontes A e B dos oito Latossolos, considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	LVj1		LVj2		LVw		LVdf1		LVdf2		LVAdf1		LVAdf2		LVA	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
pH da caracterização	6,0	5,5	5,8	4,8	5,3	5,0	5,1	5,0	5,7	4,8	4,9	5,0	5,3	6,7	5,3	5,3
NaOH	10,25	11,37	10,41	10,53	10,50	10,03	8,71	9,71	9,63	10,78	10,59	11,43	10,51	10,57	10,71	10,56
LiOH	9,79	10,62	8,91*↓	10,38	9,68	9,91	8,87	8,92	10,24	10,55	10,11	10,70	10,22	10,05	10,23	10,87
NaClO	6,02*↓	7,17*↓	6,40*↓	6,83*↓	6,17*↓	6,43*↓	5,78*↓	5,72*↓	5,86*↓	7,19*↓	5,77*↓	5,80*↓	5,92*↓	6,73*↓	6,90*↓	5,49*↓
NaClO+NaOH	10,51	10,88	10,61	10,34	9,23	10,27	9,47	9,84	9,87	11,26	10,04	9,22	10,49	10,81	10,26	11,03
HCl+NaOH	9,56	9,49	9,88	10,32	10,65	10,30	8,25	10,39	9,80	10,32	9,35	10,58	10,56	10,86	9,95	11,25
(NaPO ₃) _n	7,73*↓	7,15*↓	6,57*↓	6,91*↓	6,67*↓	6,84*↓	6,30*↓	6,41*↓	6,45*↓	7,11*↓	6,35*↓	6,62*↓	6,64*↓	6,97*↓	6,41*↓	7,54
(NaPO ₃) _n +NaOH	9,11	9,45	9,06*↓	9,12	8,97	8,83	8,30	8,78	8,93	10,06	8,84*↓	10,72	8,49*↓	10,32	8,91	8,94
dms ^{1/}	1,24	2,1	1,10	2,16	1,59	1,74	2,01	1,52	1,93	1,56	1,65	2,79	1,33	1,61	4,5	3,37
CV%	5,77	22	5,13	9,67	7,38	8,01	10,37	7,32	9,14	6,69	6,80	12,33	6,08	6,99	8,2	14,80
Média	8,85	9,45	8,83	9,20	8,84	8,94	7,95	8,54	8,68	9,61	8,72	9,30	8,98	9,47	10,48	9,38

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH. ↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

Quadro 6. Média, desvio-padrão (D), valor máximo (VMax), valor mínimo (VMin) e coeficiente de variação (CV) do pH da caracterização do solo e do pH da suspensão (silte + argila) após aferimento a 500 mL das amostras dos horizontes A e B dos oito Latossolos, considerando os sete dispersantes químicos estudados (16 observações)

Dispersante	Média	D	VMax	VMin	CV
Caracterização	5,34	0,51	6,70	4,80	9,47
NaOH	10,39	0,66	11,43	8,71	6,31
LiOH	10,00	0,63	10,87	8,87	6,34
NaClO	6,26	0,55	7,19	5,49	8,85
NaClO+NaOH	10,26	0,61	11,26	9,22	5,99
HCl+NaOH	10,09	0,72	11,25	8,25	7,09
(NaPO ₃) _n	6,73	0,42	7,73	6,30	6,22
(NaPO ₃) _n +NaOH	9,18	0,65	10,72	8,30	7,13

Quadro 7. Coeficiente de correlação linear simples entre o pH do solo (1:2,5) e o pH da suspensão (silte + argila) e entre o pH da suspensão (silte + argila) da solução de referência (NaOH) e o pH das suspensões restantes, considerando cada horizonte separadamente (8 observações)

Dispersante	Caracterização vs. Suspensões		NaOH vs. outros dispersante	
	Horizonte A	Horizonte B	Horizonte A	Horizonte B
NaOH	0,051	0,098	–	–
LiOH	-0,114	-0,020	0,506	0,796*
NaClO	0,190	0,131	0,504	0,295
NaClO+NaOH	0,483	0,284	0,461	0,026
HCl+NaOH	0,209	0,239	0,757*	-0,262
(NaPO ₃) _n	0,695*	0,199	0,200	0,304
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,616	0,338	0,579	0,687*

* Significativo a 5% de probabilidade pelo teste de Pearson.

As proporções de (silte + argila) e argila foram calculadas por meio das equações 10 e 8, respectivamente. Nesse cálculo levou-se em consideração a massa do dispersante nas amostras, resultante da amostragem de alíquotas de 25 mL, retiradas das suspensões com volume final igual a 500 mL (Quadro 8).

Para o cálculo da massa do dispersante (HCl + NaOH), foi levado em consideração que o HCl e o NaOH reagem em solução, formando NaCl e H₂O. Há ainda excedente de NaOH, pela diferença de concentração dos reagentes:

Reação:	HCl	+	NaOH	↔	NaCl	+	H ₂ O	+	NaOH
Concentração (mmol L ⁻¹):	5		15		5		5		10
mmol (mg):	36,5		40		58,5		18		40
Massa em 25 mL (mg):	4,6		15,0		7,3		2,3		10,0

Assim, a massa do dispersante é igual a 17,3 mg, pois os 2,3 mg da massa de água, produto da reação, é perdida por aquecimento da amostra a 100°C.

Quadro 8. Dispersantes químicos, concentração na solução final (500 mL) e massa do dispersante na alíquota de 25 mL utilizada no cálculo das proporções de silte e argila

Dispersante	Mol	Concentração	Massa do Dispersante
	g	mol L ⁻¹	g
NaOH	40	0,01	0,0100
LiOH	24	0,01	0,0060
NaClO	74,5	0,01	0,0186
NaClO + NaOH	74,5 + 40	0,01 + 0,0109	0,0295
HCl + NaOH	36,5 + 40	0,005 + 0,015	0,0173 ^{1/}
(NaPO ₃) _n	102	0,01	0,0255
(NaPO ₃) _n + NaOH	102 + 40	0,01 + 0,01	0,0355

^{1/} Valor calculado após reação de 0,125 mmol de HCl e NaOH, resultando em 0,125 mmol de NaCl (mol = 58,5 g), acrescido de 0,0100 g correspondentes a 0,250 mmol de NaOH que não reagiram com o HCl.

A utilização de NaClO como dispersante alternativo respondeu à possibilidade de oxidar parcialmente a matéria orgânica do solo e, com isso, facilitar a dispersão da amostra, por redução no teor deste cimento. Essa oxidação tinha sido testada com resultados positivos por Donagemma (2000). Porém, o método exige aquecimento a banho-maria a 75°C durante período prolongado, filtração e secagem da amostra, antes de submetê-la à análise granulométrica.

Na tentativa de adequar o uso do NaClO a um método apropriado para realizar análises de rotina, com número elevado de amostras, Santos et al. (2001) experimentaram o NaClO a temperatura ambiente. O mesmo procedimento foi utilizado neste estudo, testando-se soluções de NaClO e de NaClO + NaOH. O conteúdo de matéria orgânica total é apresentado no quadro 8.

Pelos resultados do quadro 8 verifica-se que a presença do NaClO provocou a oxidação parcial da matéria orgânica do solo. Porém, a redução não foi muito acentuada, ficando na faixa de 0,3 a 22%. Donagemma et al. (2003), utilizando o método original, registraram reduções da matéria orgânica entre 45 e 67%. Com respeito a Santos et al. (2001), que trabalharam com os mesmos solos de Donagemma et al. (2003), a redução teve valores extremos de 11 e 47%. É de importância destacar que Santos et al. (2001) utilizaram concentração de NaClO de 0,04 mol L⁻¹. A menor concentração empregada neste estudo, de 0,01 mol L⁻¹, justifica a menor oxidação da matéria orgânica, frente aos resultados de Santos et al. (2001).

A utilização de HCl e, na seqüência, após 8 h, NaOH como dispersante alternativo respondeu à possibilidade de dissolver parcialmente óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados, reduzindo a proporção destes cimentos na amostra de solo. Essa dissolução parcial tinha sido testada por Donagemma et al. (2003), com resultados promissores para a análise granulométrica. Porém, a análise na forma indicada na proposta original, não era adequada para utilização em rotina de laboratório, com grande número de amostras. Nessa oportunidade, Donagemma et al. (2003) observaram que a redução, determinada através do ferro extraído com oxalato de amônio, era mínima. Também nesta oportunidade foi realizada essa determinação (Quadro 8), com diminuição reduzida respeito ao teor de óxidos mal cristalizados nas testemunhas.

Quadro 8. Carbono orgânico total e ferro extraído por solução de oxalato de amônio determinados em amostras que receberam NaClO e HCl, respectivamente

Dispersante	LVj1		LVj2		LVw		LVdf1		LVdf2		LVAdf1		LVAdf2		LVA	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
dag kg ⁻¹																
Carbono Orgânico Total																
Testemunha ^{1/}	2,44	0,82	2,03	0,48	2,09	1,34	4,07	1,64	2,47	0,58	2,55	0,67	2,55	1,06	3,50	1,35
NaClO	2,16	0,74	1,95	0,40	1,89	1,31	3,82	1,47	2,42	0,52	2,54	0,61	2,49	1,05	3,49	1,29
NaClO + NaOH	2,42	0,75	1,86	0,44	1,99	1,28	3,63	1,54	2,30	0,45	2,44	0,63	2,45	1,02	2,94	1,28
Fe Oxalato																
Testemunha ^{1/}	0,17	0,17	0,19	0,16	0,11	0,11	0,10	0,07	0,07	0,04	0,09	0,02	0,06	0,03	0,08	0,07
HCl + NaOH	0,15	0,15	0,15	0,15	0,09	0,09	0,10	0,06	0,07	0,02	0,07	0,01	0,05	0,02	0,06	0,05

^{1/} Determinações em amostras de 10 g de TFSA agitada com 50 mL de água deionizada por 16 h a 50 rpm.

Os resultados da análise granulométrica dos horizontes A e B dos oito solos estudados, utilizando NaOH ou as seis soluções alternativas na dispersão das amostras, são mostrados nos quadros 9 até 16. Como indicado por Donagemma et al. (2003) o resultado mais acurados da análise textural depende da completa dispersão da amostra de solo e da manutenção da estabilidade da fase dispersa. Assim, considerando os Latossolos em análise, incrementos na proporção de argilas é considerado indicativo de maior efetividade do tratamento imposto, pela diminuição na proporção de pseudo-componentes, fundamentalmente pseudo-silte.

Tomando, conseqüentemente, como referência a proporção de argila observa-se que nenhum dispersante alternativo apresentou efetividade superior à solução de NaOH. No máximo resposta semelhante (Quadros 9 até 16). Por outra parte, em alguma determinação, todos os dispersantes alternativos mostraram resposta inferior com respeito ao dispersante de referência.

O teste de Dunnet indica diferenças de tratamentos com respeito a uma referência (NaOH). Considerando os oito solos e dois horizontes, verifica-se que os seis dispersantes alternativos levaram à determinação de proporções inferiores de argila em 24 oportunidades, no horizonte A, e em 15, no horizonte B. Isso foi acompanhado pelos seguintes incrementos nas proporções de areia grossa, areia fina e silte nos horizontes A: 13, 12 e 16. No horizonte B foram 5, 7 e 14, respectivamente. Deve ressaltar-se que o total de incrementos, 41 para o horizonte A e 26 para o horizonte B, não são iguais às reduções no teor de argilas, pois essa diminuição é acompanhada, eventualmente, de mais de um incremento das outras frações texturais. Os 16 incrementos líquidos indicados para o silte no horizonte A resultaram de 20 valores superiores e 4 inferiores e os 14 do horizonte B, de 15 e 1, respectivamente.

Os números prévios permitem indicar, claramente, a influência da matéria orgânica na formação de pseudo-componentes mais estáveis e de maior tamanho. No horizonte A, as pseudo-areias evidenciaram-se com maior freqüência (25) que no horizonte B (12), considerando os dispersantes alternativos estudados. Essa resposta mostra a maior dificuldade de dispersão de amostras do horizonte A.

Quadro 9. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho perférrico 1 (LVj1), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho perférrico (LVj1)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,329	0,051	0,114	0,507	0,231	0,062	0,177	0,530
LiOH	0,318	0,054	0,155*↑	0,474*↓	0,250	0,061	0,190	0,500*↓
NaClO	0,335	0,058*↑	0,175*↑	0,432*↓	0,259	0,058	0,683*↑	0,001*↓
NaClO+NaOH	0,326	0,049	0,154*↑	0,471*↓	0,240	0,058	0,169	0,534
HCl+NaOH	0,325	0,050	0,153*↑	0,472*↓	0,235	0,058	0,179	0,529
(NaPO ₃) _n	0,325	0,054	0,181*↑	0,441*↓	0,245	0,059	0,312*↑	0,384*↓
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,326	0,048	0,150*↑	0,476*↓	0,242	0,055	0,168	0,535
dms ^{1/}	0,028	0,006	0,038	0,028	0,0444	0,008	0,034	0,021
Média ^{2/}	0,326a	0,052b	0,155b	0,467a	0,243b	0,059a	0,268a	0,430b

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 10. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho perférrico 2 (LVj2), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho perférrico (LVj2)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,067	0,114	0,406	0,414	0,052	0,091	0,320	0,537
LiOH	0,090*↑	0,146*↑	0,378	0,386*↓	0,059	0,106*↑	0,316	0,520
NaClO	0,116*↑	0,157*↑	0,300*↓	0,427	0,061	0,111*↑	0,756*↑	0,072*↓
NaClO+NaOH	0,070	0,104	0,454*↑	0,372*↓	0,054	0,097	0,361*↑	0,488*↓
HCl+NaOH	0,070	0,104	0,411	0,415	0,055	0,090	0,335	0,521
(NaPO ₃) _n	0,088*↑	0,135	0,366*↓	0,411	0,059	0,099	0,426*↑	0,417*↓
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,068	0,113	0,435	0,385*↓	0,053	0,091	0,330	0,527
dms ^{1/}	0,009	0,023	0,034	0,028	0,012	0,007	0,024	0,007
Média ^{2/}	0,081a	0,125a	0,393b	0,401b	0,056b	0,098b	0,406a	0,440a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 11. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho acriférico (LVw), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho acriférico (LVw)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,060	0,093	0,154	0,694	0,053	0,084	0,156	0,708
LiOH	0,070	0,119*↑	0,185*↑	0,625*↓	0,064	0,106	0,159	0,671
NaClO	0,109*↑	0,153*↑	0,161	0,577*↓	0,092*↑	0,133*↑	0,152	0,623*↓
NaClO+NaOH	0,056	0,096	0,168	0,680	0,052	0,078	0,173	0,697
HCl+NaOH	0,059	0,096	0,167	0,679	0,059	0,083	0,175	0,683
(NaPO ₃) _n	0,076*↑	0,121*↑	0,141	0,661	0,074*↑	0,118*↑	0,122*↓	0,685
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,064	0,092	0,153	0,691	0,055	0,079	0,150	0,716
dms ^{1/}	0,014	0,021	0,027	0,038	0,017	0,032	0,021	0,0500
Média ^{2/}	0,071a	0,110a	0,161a	0,658b	0,064b	0,097b	0,155b	0,683a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 12. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho distroférico 1 (LVdf1), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho distroférico (LVdf1)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,122	0,067	0,116	0,700	0,101	0,066	0,140	0,694
LiOH	0,128	0,068	0,140*↑	0,664*↓	0,092	0,065	0,145	0,699
NaClO	0,186*↑	0,094*↑	0,160*↑	0,560*↓	0,101	0,068	0,188*↑	0,643
NaClO+NaOH	0,127	0,065	0,121	0,687	0,098	0,062	0,122	0,718
HCl+NaOH	0,122	0,068	0,124	0,687	0,105	0,061	0,128	0,707
(NaPO ₃) _n	0,133	0,074	0,151*↑	0,642*↓	0,100	0,065	0,132	0,704
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,120	0,068	0,118	0,695	0,104	0,066	0,114	0,716
dms ^{1/}	0,0119	0,008	0,015	0,017	0,020	0,008	0,039	0,053
Média ^{2/}	0,134a	0,072a	0,133b	0,662b	0,100b	0,065b	0,138a	0,697a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 13. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho distrtoférico 2 (LVdf2), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho distrtoférico (LVdf2)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,115	0,070	0,075	0,740	0,103	0,064	0,071	0,762
LiOH	0,119	0,069	0,095*↑	0,716*↓	0,103	0,064	0,117*↑	0,717*↓
NaClO	0,138*↑	0,085*↑	0,150*↑	0,627*↓	0,109	0,082*↑	0,810*↑	0,000*↓
NaClO+NaOH	0,116	0,066	0,100*↑	0,718*↓	0,106	0,062	0,082	0,751
HCl+NaOH	0,119	0,067	0,087	0,728	0,105	0,062	0,080	0,753
(NaPO ₃) _n	0,125	0,070	0,112*↑	0,693*↓	0,104	0,064	0,090*↑	0,743*↓
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,118	0,067	0,086	0,728	0,103	0,061	0,071	0,765
dms ^{1/}	0,012	0,007	0,020	0,02	0,007	0,007	0,018	0,018
Média ^{2/}	0,122a	0,071a	0,101b	0,707a	0,105b	0,065b	0,189a	0,642b

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 14. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho-Amarelo distroférico 1 (LVAdf1), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho-Amarelo distroférico (LVAdf1)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,201	0,121	0,034	0,643	0,101	0,097	0,016	0,784
LiOH	0,203	0,119	0,037	0,641	0,099	0,100	0,033*↑	0,768
NaClO	0,225*↑	0,133*↑	0,080*↑	0,563*↓	0,100	0,112*↑	0,789*↑	0,000*↓
NaClO+NaOH	0,209	0,117	0,034	0,641	0,098	0,097	0,026	0,779
HCl+NaOH	0,204	0,117	0,037	0,643	0,101	0,096	0,029	0,774
(NaPO ₃) _n	0,207	0,123	0,043	0,626	0,099	0,101	0,028	0,773
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,207	0,120	0,032	0,642	0,103	0,100	0,015	0,782
dms ^{1/}	0,012	0,010	0,018	0,030	0,008	0,011	0,016	0,020
Média ^{2/}	0,208a	0,122a	0,042b	0,628b	0,100b	0,101b	0,134a	0,666a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 15. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho-Amarelo distroférico 2 (LVAdf2), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho-Amarelo distroférico (LVAdf2)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,057	0,067	0,148	0,728	0,033	0,046	0,109	0,812
LiOH	0,089*↑	0,097*↑	0,226*↑	0,589*↓	0,051*↑	0,065	0,141*↑	0,744*↓
NaClO	0,183*↑	0,130*↑	0,106*↓	0,581*↓	0,101*↑	0,136*↑	0,141*↑	0,623*↓
NaClO+NaOH	0,055	0,067	0,167	0,711	0,036	0,047	0,127*↑	0,788
HCl+NaOH	0,063	0,074	0,190*↑	0,673*↓	0,036	0,049	0,147*↑	0,768
(NaPO ₃) _n	0,150*↑	0,121*↑	0,117*↓	0,612*↓	0,067*↑	0,071	0,110	0,753*↓
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,065	0,070	0,145	0,720	0,036	0,051	0,117	0,795
dms ^{1/}	0,015	0,008	0,020	0,036	0,015	0,026	0,016	0,047
Média ^{2/}	0,095a	0,090a	0,157a	0,659b	0,051b	0,067b	0,127b	0,755a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Quadro 16. Proporção de areia grossa (AG), areia fina (AF), silte e argila nos horizontes A e B do Latossolo Vermelho-Amarelo (LVA), considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Latossolo Vermelho-Amarelo (LVA)							
	Horizonte A				Horizonte B			
	AG	AF	Silte	Argila	AG	AF	Silte	Argila
	kg kg ⁻¹							
NaOH	0,012	0,028	0,505	0,455	0,012	0,024	0,405	0,560
LiOH	0,014	0,033	0,508	0,446	0,013	0,022	0,429	0,536
NaClO	0,025*↑	0,039	0,594*↑	0,342*↓	0,013	0,027	0,485*↑	0,475*↓
NaClO+NaOH	0,014	0,033	0,505	0,448	0,011	0,023	0,399	0,567
HCl+NaOH	0,015	0,027	0,518	0,440	0,012	0,023	0,408	0,558
(NaPO ₃) _n	0,018*↑	0,039	0,507	0,437	0,014	0,021	0,419	0,546
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,013	0,026	0,496	0,465	0,012	0,022	0,400	0,566
dms ^{1/}	0,004	0,016	0,031	0,030	0,002	0,008	0,047	0,045
Média ^{2/}	0,016a	0,032a	0,519a	0,433b	0,013b	0,023b	0,421b	0,544a

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH.

↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

^{2/} Letras diferentes na mesma fração textural indicam diferenças estatisticamente significativa a 1% de probabilidade pelo teste F, para os horizontes em estudo.

Nesse horizonte, ao cimento inorgânico representado pelos óxidos de ferro e alumínio mal cristalizados, acrescenta-se o cimento orgânico representado pelos compostos húmicos. Entretanto, quando aplicados pré-tratamentos sucessivos para retirada de cimentos orgânicos e inorgânicos, os resultados não foram aditivos (Donagemma et al., 2003).

Observando os dados apresentados para cada solo registram-se valores praticamente nulos no teor de argila do horizonte B, quando utilizado NaClO como dispersante em amostras de LVj1, LVj2, LVdf2 e LVAdf1 (Quadros 9, 10, 13 e 14). Isso foi devido à floculação das argilas, fato registrado em todas as repetições analisadas. Os dados da caracterização (Quadro 2) não permitem evidenciar essa resposta ao tratamento.

A figura 1 mostra o número de amostras de solo, nos horizontes A e B, em que os dispersantes alternativos apresentaram resposta semelhante ao do dispersante de referência. Para isso, tomou-se como base resposta não diferenciada pelo teste de Dunnet nos valores apresentados nos quadros 9 até 16.

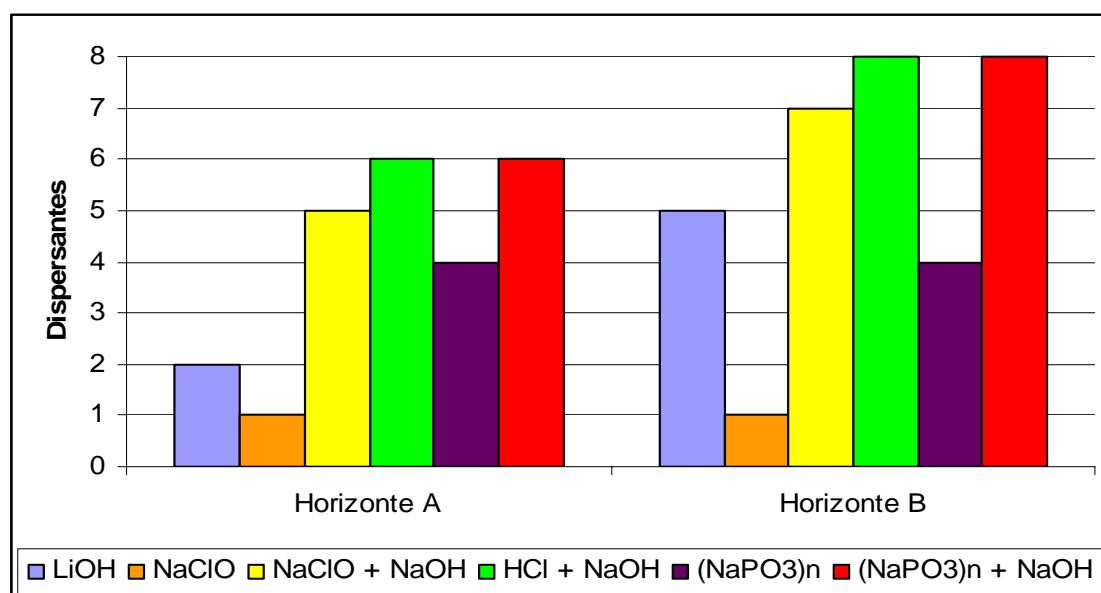
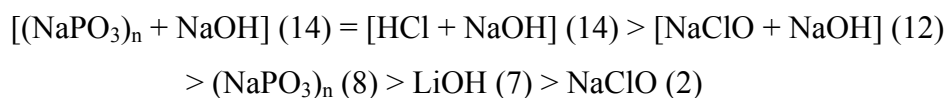


Figura 1. Número de amostras de solo em que os dispersantes alternativos apresentaram resposta igual à do dispersante de referência (NaOH) na determinação do teor de argila

Considerando que nenhum dispersante igualou-se ao NaOH e utilizando o sinal > para indicar maior efetividade na comparação com o dispersante de referência, a seqüência é a seguinte:



Os dados apresentados justificam a importância da elevação do pH na dispersão de amostras de solo com elevada proporção de capacidade de troca catiônica dependente do pH. Os dispersantes alternativos mais destacados foram o que igualaram o pH da solução de referência e não a concentração de sódio. O LiOH teve resposta abaixo do esperado (Figura 1).

No intuito de tentar identificar dispersante adequado à todas as análises, realizou-se análise estatística conjunta das proporções das frações texturais, incluindo amostras dos horizontes A e B dos oitos solos estudados. A seqüência de dispersantes até aqui adotada foi alterada, de forma a colocar os dispersantes em ordem decrescente do teor médio de argila (Quadro 18). Dessa análise surge a mistura $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$ como a mais próxima do dispersante de referência, NaOH.

Pelos dados apresentados na figura 1 e quadro 18 destaca-se a solução de $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$ como eventual dispersante que possa permitir utilização mais difundida em todas as regiões do Brasil. É freqüente na Região Nordeste a utilização do $(\text{NaPO}_3)_n$ no pH dessa solução, de 6,6 (Quadro 4). A efetividade desse dispersante, nessas condições, seria adequada para solos com argilas de carga elétrica permanente, mas não para solos com argilas que apresentem, ao menos parcialmente, cargas elétricas dependentes do pH. É de importância a pesquisa com solos dessa região, comparando a dispersão com NaOH, $(\text{NaPO}_3)_n$ e $[(\text{NaPO}_3)_n + \text{NaOH}]$.

Os dispersantes $(\text{NaClO} + \text{NaOH})$ e $(\text{HCl} + \text{NaOH})$ com pH elevado, ajustado àquele do dispersante de referência (Quadro 4), não mostraram suficiente efetividade na dispersão (Figura 1 e Quadro 18), pelo que podem ser descartados como alternativas úteis. Suas soluções apresentaram as maiores pressões osmóticas dentre todas as testadas (Quadro 4).

Quadro 18. Proporção média de areia grossa, areia fina, silte e argila dos oito solos e dois horizontes, considerando os sete dispersantes químicos estudados

Dispersante	Areia Grossa	Areia Fina	kg kg ⁻¹	
			Silte	Argila
NaOH	0,103	0,072	0,184	0,641
(NaPO ₃) _n +NaOH	0,106	0,071	0,186	0,638
NaClO+NaOH	0,104	0,070	0,198*↑	0,628*↓
HCl+NaOH	0,105	0,070	0,198*↑	0,627*↓
LiOH	0,110*↑	0,081*↑	0,203*↑	0,606*↓
(NaPO ₃) _n	0,118*↑	0,083*↑	0,204*↑	0,595*↓
NaClO	0,134*↑	0,099*↑	0,358*↑	0,409*↓
dms ^{1/}	0,004	0,004	0,006	0,008

* Diferenças estatisticamente significativas a 5%, pelo teste Dunnet, na comparação dos dispersantes alternativos com a solução de NaOH. ↑↓ Indicam valores significativos maiores e menores que os da testemunha, respectivamente.

^{1/} Diferença mínima significativa na comparação com o dispersante de referência (NaOH).

Análise diferenciada exige o LiOH (Figura 1 e Quadro 18). O Li é o primeiro elemento dos metais alcalinos (Grupo 1A da tabela periódica), com raio iônico hidratado maior que o do Na. Sob esse aspecto, o Li seria dispersante mais efetivo que o Na. Porém, sob alguns aspectos, a química do Li aproxima-se da do Mg (Cotton & Wilkinson, 1966); nesse caso, o Li seria menos efetivo que o Na na dispersão. Segundo Cotton & Wilkinson (1966), as particularidades do Li, com respeito aos outros metais alcalinos, resultam principalmente do pequeno tamanho do íon que, entre outras características, leva à singular e apreciável tendência à formação de ligações covalentes. Essa ligações bloqueiam cargas elétricas negativas do complexo de troca das argilas e, por ser estáveis, reduzem apreciavelmente a repulsão entre as partículas de argila, pela diminuição da densidade de carga superficial.

A baixa eficiência do (NaPO₃)_n e do NaClO, sem elevação do pH (Figura 1 e Quadro 18), mostra a indiscutível necessidade de trabalhar com soluções sódicas de forte alcalinidade na dispersão de amostras de solo com capacidade de troca catiônica com elevada proporção de cargas dependentes do pH.

5. CONCLUSÕES

Com base nos resultados experimentais pode concluir-se que:

- O NaOH 0,01 mol L⁻¹, dispersante de referência, foi o mais efetivo, comprovado pela maior proporção de argilas nas análises texturais dos horizontes A e B das amostras dos oito Latossolos estudados.
- A mistura [(NaPO₃)_n+NaOH] dispersou adequadamente as amostras dos Latossolos, com resposta semelhante ao NaOH. Poderia, assim, ser utilizado e deveria ser testado por apresentar características promissoras para utilização em outras classes de solo, como os normalmente encontrados na Região Nordeste.
- As outras misturas [NaClO+NaOH] e [HCl+NaOH], mesmo apresentando pH elevado, não mostraram-se tão efetivas quanto o NaOH. Sua efetividade foi reduzida pela elevação da pressão osmótica da solução, não sendo portanto recomendada para estes solos.
- Os dispersantes sem o NaOH (LiOH, (NaPO₃)_n e NaClO) foram os menos efetivos na dispersão dos Latossolos. O Li por formar ligações covalente que bloqueiam cargas elétricas negativas do complexo de troca e os dois restantes, por apresentar baixo pH.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALVAREZ V., V.H. & FONSECA, D.M. Definição de doses de fósforo para determinação da capacidade máxima de adsorção de fosfatos e para ensaios em casa de vegetação. R. Bras. Ci. Solo, 14:49-55, 1990.
- ANDERSON, J.U. An improved pretreatment for mineralogical analysis of samples containing organic matter. Clays Clay Min., 10:380-388, 1963.
- BARRETO, W. Eletroquímica de solos tropicais de carga variável: capacidade da dupla camada elétrica. Itaguaí, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 1986. 273p. (Tese de Doutorado)
- BAVER, L.D., GARDNER, W.H. & GARDNER, W.R. Soil physics. 4.ed., New York, John Wiley, 1972. 498p.
- BARROW, G.M. Química física. Barcelona, Reverte, 1968. v. 2. 418p.
- COTTON, F.A. & WILKINSON, G.. Advanced inorganic chemistry, a comprehensive text. New York, Interscience, 1966. 1136p.
- DONAGEMMA, G.K. Pré-tratamento na análise textural visando a minimização do pseudo-silte em Latossolos de Minas Gerais. Viçosa, Universidade Federal de Viçosa, 2000. 89p. (Dissertação de Mestrado)
- DONAGEMMA, G.K., RUIZ, H.A., KER, J.C. & COELHO, F.C. Utilização do hidróxido de lítio como dispersante na análise textural de diferentes classes de agregados de um Latossolo Vermelho-Escuro. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE MANEJO E CONSERVAÇÃO DO SOLO E DA

- ÁGUA, 12., 1998, Fortaleza, CE. Resumos expandidos. Fortaleza, CE, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1998. p.36-37.
- DONAGEMMA, G.K., RUIZ, H.A., FONTES, M.P.F.; KER, J.C. & SCHAEFER, C.E.G.R. Dispersão de Latossolos em resposta à utilização de pré-tratamentos na análise textural. R. Bras. Ci. Solo, 27:765-772, 2003.
- DOUGLAS, L.A. & FIESSINGER, F. Degradation of clay minerals by H₂O₂ treatments to oxidize organic matter. Clays Clay Min., 19:67-68, 1971.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA-EMPRAPA. Manual de métodos de análise de solo. Rio de Janeiro, Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, 1979. não paginado.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA-EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 2.ed., Rio de Janeiro, Centro Nacional de Pesquisa de Solos, 1997. 212p.
- FERNANDES, R.B.A. Atributos mineralógicos, cor, adsorção e dessorção de fosfatos em Latossolos do Sudeste Brasileiro. Viçosa, Universidade Federal de Viçosa, 2000. 265p. (Tese de Doutorado)
- FREIRE, O. Dispersão de solos, estudo comparativo de tratamentos químicos empregados no preparo de amostras para análise mecânica. Piracicaba, SP, Universidade de São Paulo/Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, 1963. 168p. (Tese de Doutorado)
- GENRICH, D.A. & BREMNER, J.M. A reevaluation of ultrasonic vibration method of dispersing soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., 36:944-947, 1972.
- GROHMANN, F. & RAIJ, B. Dispersão mecânica e pré-tratamento para análise granulométrica de Latossolos argilosos. R. Bras. Ci. Solo, 1:52-53, 1977.
- HSU, P.H. Aluminum hydroxides and oxyhydroxides. In: DIXON, J.B. & WEED, S.B., eds. Minerals in soil environments. Madison, Soil Science Society of America, 1989. v.7, p.331-378.
- JUCKSCH, I., COSTA, L.M., MELLO, J.W.V., BUENO, B.S. & FONTES, L.E.F. Meios mecânicos e concentração de NaOH na dispersão e estabilidade de suspensões de argila. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 25, Viçosa, MG, 1995. Resumos expandidos. Viçosa, MG, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1995. v.1, p.104-105.
- KEHRIG, A.G. As relações K_i e K_r no solo. Rio de Janeiro, Centro Nacional de Ensino e Pesquisas Agrônômicas, 1949. 67p. (Boletim, 13)

- KIRKHAM, D. & POWERS, W.L. Advanced soil physics. 2.ed. New York, Interscience, 1972. 548p.
- KHONKE, H. Soil physics. 2.ed. New York, McGraw Hill, 1969. 224p.
- McKEAGUE, J.A. & DAY, J.H. Dithionite and oxalate-extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. Can. J. Soil Sci., 46:13-22, 1966.
- MEDINA, H.P. & GROHMANN, F. Contribuição ao estudo da análise granulométrica do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 6, Salvador, 1957. Resumos. Rio de Janeiro, RJ, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1962. p.29-38.
- MEHRA, O.P. & JACKSON, M.L. Iron oxide removal from clays by dithionite-citrate-bicarbonate system buffered with sodium bicarbonate. Clays Clay Min., 7:317-327, 1960.
- MENK, J.R. & OLIVEIRA, J.B. Estudo comparativo da influência de agentes dispersantes e de pré-tratamentos na análise granulométrica de solos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., Santa Maria, 1973. Anais. Rio de Janeiro, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1974. p.104-121.
- RAIJ, B. & PEECH, M. Electrochemical properties of some Oxisols and Alfisols of tropics. Soil Sci. Soc. Am. Proc., 36:587-598, 1972.
- RUIZ, H.A. Dispersão física do solo para análise granulométrica por agitação lenta. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 30., Recife, PE, 2005a. Resumos expandidos. Recife, PE, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2005a. CD-ROM
- RUIZ, H.A. Incremento da exatidão da análise granulométrica do solo por meio da coleta da suspensão (silte + argila). R. Bras. Ci. Solo, 29:297-300, 2005.
- SANTANA, D.P. Estudo de solos do Triângulo Mineiro e de Viçosa: I. Mineralogia, II. Adsorção de fosfatos. Viçosa, Universidade Federal de Viçosa, 1973. 56p. (Dissertação de Mestrado)
- SCHWERTMANN, U. & TAYLOR, R.M. Iron oxides. In: DIXON, J.B. & WEED, S.B., eds. Minerals in soil environments. 2.ed. Madison, Soil Science Society of America, 1989. p.379-438.
- SANTOS, B.C.M.; RUIZ, H.A. & DONAGEMMA, G.K. Uso do hipoclorito de sódio como dispersante na análise textural de Latossolos de Minas Gerais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 28., Londrina,

2001. Resumos. Londrina, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2001. p.15.

TAVARES-FILHO, J. & MAGALHÃES, F.S. Dispersão de amostras de Latossolo Vermelho eutroférico influenciadas por pré-tratamento para oxidação da matéria orgânica e pelo tipo de agitação mecânica. R. Bras. Ci. Solo, 32:1429-1435, 2008.

VETTORI, L. Métodos de análise de solo. Rio de Janeiro, Ministério da Agricultura, 1969. 24p. (Boletim Técnico, 9)

VETTORI, L. & PIERANTONI, H. Análise granulométrica: novo método para determinar a fração argila. Rio de Janeiro: Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo, Ministério da Agricultura, 1968. 9p. (Boletim Técnico, 3)

YEOMANS, J.C. & BREMNER, J.M. A rapid and precise method for routine determination of carbon in soil. Comm. Soil Sci. Plant Anal., 19:1467-1476, 1988.

APÊNDICE

APÊNDICE

Quadro 1A. Análise de variância do pH da suspensão (silte + argila) e das frações granulométricas dos horizontes a e B dos oito Latossolos de Minas Gerais, considerando os sete dispersantes químicos estudados

Fonte de Variação ^{1/}	GL	Quadrado Médio				
		pH	Areia Grossa	Areia Fina	Silte	Argila
Blocos	2	0,5922	0.000026	0.000235*	0.001556**	0.000791*
Solos	7	3,2743	0,279320**	0,036756**	0,808562**	0,583921**
H d/LVJ1	1	0,0912	0.072800**	0.000485**	0.135604**	0.014442**
H d/LVJ2	1	1,4523	0.006726**	0.007568**	0.001884**	0.015780**
H d/LVw	1	0,1101	0.000450**	0.001691**	0.000373	0.006662**
H d/LVdf1	1	3,5846	0.012066**	0.000580**	0.000326	0.013414**
H d/LVdf2	1	8,9887	0.003045**	0.000267**	0.081242**	0.045336**
H d/LVAdf1	1	3,4687	0.122353**	0.004503**	0.087890**	0.014627**
H d/LVAdf2	1	2,5752	0.019591**	0.005461**	0.009238**	0.096088**
H d/LVA	1	12,6610*	0.000106**	0.000834**	0.101490**	0.127998**
D d/HA d/LVJ1	6	9,3465**	0.000081	0.000035	0.001415**	0.001863**
D d/HA d/LVJ2	6	8,9216*	0.000997**	0.001358**	0.007789**	0.001239**
D d/HA d/LVw	6	9,3815**	0.001026**	0.001549**	0.000588**	0.005486**
D d/HA d/LVdf1	6	5,7112	0.001653**	0.000307**	0.000932**	0.007138**
D d/HA d/LVdf2	6	9,4791**	0.000189**	0.000124**	0.001847**	0.004400**
D d/HA d/LVAdf1	6	10,9425**	0.000188**	0.000089	0.000849**	0.002604**
D d/HA d/LVAdf2	6	11,8883**	0.007886**	0.002153**	0.005168**	0.012335**
D d/HA d/LVA	6	50,4729**	0.000055	0.000094	0.003411**	0.005105**
D d/HA d/LVAdf1	6	14,7927**	0.000008	0.000077	0.250892**	0.258182**
D d/HA d/LVAdf2	6	9,8505**	0.001855**	0.003030**	0.000759**	0.011837**
D d/HA d/LVA	6	14,2697**	0.000003	0.000011	0.002767**	0.003132**
Residuo	222	3,22	0.000066	0.000062	0.000143	0.000212
CV (%)		19,82	7,28	10,23	5,46	2,46

* e **: Significativo a 5 e 1%, respectivamente, pelo teste F.

^{1/} H: Horizonte. HA: Horizonte A. HB: Horizonte B. D: Dispersante. LVj1: Latossolo Vermelho perférrico 1. LVj2: Latossolo Vermelho perférrico 2. LVw: Latossolo Vermelho acriférrico. LVdf1: Latossolo Vermelho distroférrico 1. LVdf2: Latossolo Vermelho distroférrico 2. LVAdf1: Latossolo Vermelho-Amarelo distroférrico 1. LVAdf2: Latossolo Vermelho-Amarelo distroférrico 2. LVA: Latossolo Vermelho Amarelo.

Quadro 2A. Análise de variância das frações granulométricas determinadas com cada dispersante, considerando os horizontes A e B dos oito Latossolos estudados

Fonte de Variação/	GL	Quadrado Médio			
		Areia Grossa	Areia Fina	Silte	Argila
Blocos	2	0.000026	0.000235*	0.001556**	0.000791*
Dispersante	6	0,006142**	0,005396**	0,184297**	0,325500**
Solos d/(NaOH)	15	0.042293**	0.004612**	0.129811**	0.086259**
Solos d/(LiOH)	15	0.039382**	0.006588**	0.115616**	0.072102**
Solos d/(NaClO)	15	0.037803**	0.009844**	0.186189**	0.170102**
Solos d/(NaClO + NaOH)	15	0.043360**	0.004151**	0.136192**	0.095466**
Solos d/(HCl + NaOH)	15	0.041493**	0.004182**	0.127775**	0.080361**
Solos d/[(NaPO ₃) _n]	15	0.037219**	0.006414**	0.138781**	0.105093**
Solos d/[(NaPO ₃) _n + NaOH]	15	0.042949**	0.004680**	0.132614**	0.091100**
Residuo	222	0.000066	0.000062	0.000143	0.000212
CV (%)		7.28	10.23	5,46	2,46

* e **: Significativo a 5 e 1%, respectivamente, pelo teste F.