

# **Fracionamento Físico do Solo em Estudos da Matéria Orgânica**

**República Federativa do Brasil**

*Fernando Henrique Cardoso*  
Presidente

**Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

*Marcus Vinicius Pratini de Moraes*  
Ministro

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Embrapa**

**Conselho de Administração**

*Márcio Fortes de Almeida*  
Presidente

*Alberto Duque Portugal*  
Vice-Presidente

*Dietrich Gerhard Quast, José Honório Accarini,  
Sérgio Fausto, Urbano Campos Ribeiral*  
Membros

**Diretoria Executiva da Embrapa**

*Alberto Duque Portugal*  
Diretor-Presidente

*Dante Daniel Giacomelli Scolari, Bonifácio Hideyuki Nakaso,  
José Roberto Rodrigues Peres*  
Diretores-Executivos

***Embrapa Agropecuária Oeste***

*José Ubirajara Garcia Fontoura*  
Chefe-Geral

*Fernando Mendes Lamas*  
Chefe-Adjunto de Pesquisa e  
Desenvolvimento

*Josué Assunção Flores*  
Chefe-Adjunto de Administração

***Embrapa Solos***

*Doracy Pessoa Ramos*  
Chefe-Geral

*Celso Vainer Manzatto*  
Chefe-Adjunto de Pesquisa e  
Desenvolvimento

*Paulo Augusto da Eira*  
Chefe-Adjunto de Administração

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

# **Fracionamento Físico do Solo em Estudos da Matéria Orgânica**

Renato Roscoe  
Pedro Luiz Oliveira de Almeida Machado

Dourados, MS  
2002

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

**Embrapa Agropecuária Oeste**

BR 163, km 253,6 -  
Trecho Dourados-Caarapó  
Caixa Postal 661  
79804-970 Dourados, MS  
Fone: (67) 425-5122  
Fax: (67) 425-0811  
www.cpao.embrapa.br  
E-mail: sac@cpao.embrapa.br

**Embrapa Solos**

Rua Jardim Botânico, 1024  
22460-000 Rio de Janeiro, RJ  
Fone: (21) 274-4999  
Fax: (21) 274-5291  
www.cnps.embrapa.br  
E-mail: sac@cnps.embrapa.br

**Comitê de Publicações da Embrapa Agropecuária Oeste**

Presidente: *Fernando Mendes Lamas*

Secret.-Executivo: *Mário Artemio Urchei*

Membros: *Clarice Zanoni Fontes, Crébio José Ávila, Eli de Lourdes Vasconcelos, Fábio Martins Mercante, Gessi Ceccon e Guilherme Lafourcade Asmus*

Membro "Ad hoc": *William Marra Silva*

Supervisor editorial: *Clarice Zanoni Fontes*

Revisor de texto: *Eliete do Nascimento Ferreira*

Normalização bibliográfica: *Eli de Lourdes Vasconcelos*

Edição eletrônica: *Eliete do Nascimento Ferreira*

**1ª edição**

1ª impressão (2002): 600 exemplares

**Todos os direitos reservados.**

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

CIP-Catálogo-na-Publicação.  
Embrapa Agropecuária Oeste.

---

Roscoe, Renato

Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica / Renato Roscoe, Pedro Luiz Oliveira de Almeida Machado. Dourados: Embrapa Agropecuária Oeste; Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002.  
86p. : il. ; 21cm.

ISBN 85-7540-004-5

1. Solo - Matéria orgânica - Fracionamento físico. 2. Matéria orgânica - Solo - Fracionamento físico. I. Machado, Pedro Luiz Oliveira de Almeida. II. Embrapa Agropecuária Oeste. III. Embrapa Solos. IV. Título.

CDD(21.ed.) 631.4

# Autores

---



## **Renato Roscoe**

Eng. Agrôn., Pesquisador, Dr.,  
*Embrapa Agropecuária Oeste*,  
Caixa Postal 661,  
79804-970 - Dourados, MS.  
Fone: (67) 425-5122, Fax: (67) 425-0811  
E-mail: [roscoe@cpao.embrapa.br](mailto:roscoe@cpao.embrapa.br)

## **Pedro Luiz Oliveira de Almeida Machado**

Eng. Agrôn., Pesquisador, Dr.,  
*Embrapa Solos*,  
Rua Jardim Botânico, 1024  
22460-000 - Rio de Janeiro, RJ.  
Fone: (21) 274-4999, Fax: (21) 274-5291  
E-mail: [pedro@cnps.embrapa.br](mailto:pedro@cnps.embrapa.br)



# Apresentação

---

A matéria orgânica representa componente fundamental para a manutenção da qualidade do solo, estando envolvida em diversos processos físicos, químicos e biológicos. Desequilíbrios no seu suprimento e alterações nas taxas de decomposição podem provocar a sua redução em solos sob cultivo, desencadeando processos de degradação. A sustentabilidade de agroecossistemas está intimamente relacionada a sua manutenção.

Devido a sua complexidade estrutural, funcional e dinâmica, as metodologias de estudo da matéria orgânica do solo constituem tema de constante debate. O "***Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica***" engloba uma série de metodologias visando à separação de reservatórios funcionais da mesma, com aplicações em diversos tipos de estudo (pedológicos, agregação/estruturação, erosão, dinâmica e fluxo de C, etc.). Apresenta diversas vantagens em relação aos tradicionais métodos de fracionamento químico, pois possibilita a separação de reservatórios da matéria orgânica de diferente natureza e grau de associação com a matriz do solo.

A idéia de escrever este livro surgiu em 1999, durante o *V Encontro Brasileiro de Substâncias Húmicas*, quando os autores, em conversas com colegas da área, observaram a falta de padronização de métodos na maioria dos trabalhos. Essa ausência de padrões metodológicos representa um grande entrave na comparação de resultados. Este livro representa as bases teóricas para o nivelamento de metodologias de fracionamento físico da matéria orgânica do solo, constituindo uma importante contribuição para sua padronização.

O presente livro celebra uma importante parceria entre a *Embrapa Agropecuária Oeste* e a *Embrapa Solos* e certamente

contribuirá para melhor uso das metodologias de fracionamento físico, tendo aplicações diretas na melhoria do entendimento da função e dinâmica da matéria orgânica do solo, subsidiando estratégias de manejo mais adequadas e sustentáveis.

***José Ubirajara Garcia Fontoura***  
*Chefe-Geral*  
*Embrapa Agropecuária Oeste*

***Doracy Pessoa Ramos***  
*Chefe-Geral*  
*Embrapa solos*



# Sumário

---

**Introdução, 11**

**Fracionamento Físico: Base Conceitual, 15**

**Método Densimétrico, 19**

Fração leve livre (FL-livre), 19

Fração leve oclusa (FL-oclusa), 24

Fração pesada (FP), 28

Aspectos metodológicos, 30

**Método Granulométrico, 37**

Fracionamento em COM-secundários, 37

Aspectos metodológicos, 42

Fracionamento em COM-primários, 43

Composição e dinâmica dos COM-primários, 45

Aspectos metodológicos, 52

**Considerações Finais, 63**

**Referências Bibliográficas, 65**



# **Fracionamento Físico do Solo em Estudos da Matéria Orgânica**

Renato Roscoe  
Pedro Luiz Oliveira de Almeida Machado



# Introdução

---

Embora contribua somente com uma pequena parcela da massa total dos solos minerais, a matéria orgânica do solo (MOS) é componente essencial nos diversos processos químicos, físicos e biológicos de ecossistemas terrestres (Piccolo, 1996; Christensen, 2000; Carter, 2001). Diversos trabalhos têm ressaltado suas funções na manutenção da qualidade do solo (Christensen & Johnston, 1997; Janzen et al., 1997), na sustentabilidade dos sistemas naturais e agrícolas (Carter, 2001; Swift & Wooster, 1993) e no balanço de gases responsáveis pelo efeito estufa (Wigley & Schimel, 2000; Lal et al., 1997; Schlesinger, 1997). No Brasil, vários pesquisadores têm ressaltado a importância da MOS em melhorar e manter as propriedades físico-químicas e biológicas de diversos tipos de solo (Raj, 1969; Moraes et al., 1976; Igue et al., 1984; Pereira & Peres, 1987; Castro Filho et al., 1998; Mendonça & Rowell, 1994; Silva & Resck, 1997; Franchini et al., 1999; Amado et al., 1999).

Compreende-se por MOS todo o carbono orgânico presente no solo na forma de resíduos frescos ou em diversos estágios de decomposição, compostos humificados e materiais carbonizados (ex.: carvão em solos de savana), associados ou não à fração mineral; assim como a porção viva, composta por raízes e pela micro, meso e macrofauna. Entretanto, esta é uma conceituação teórica e na maioria das vezes o que se convencionou chamar de MOS compreende somente parte dos componentes citados, dependendo enormemente do preparo da amostra e da metodologia utilizada na determinação. Por exemplo, em análises de rotina de fertilidade do solo, as amostras são destorroadas e tamisadas, eliminando-se todos os resíduos orgânicos maiores que 2 mm (incluindo-se toda a macro e parte da mesofauna), e analisados por oxidação em via úmida (ex.: Embrapa, 1997), que é pouco sensível a frações com alto grau de humificação e a formas carbonizadas.

Devido a sua complexidade e diversidade estrutural (Saiz-Jimenes, 1996;

Clapp & Hayes, 1999) e às possibilidades de interação com a matriz mineral do solo (Cornejo & Hermosín, 1996; Hassink & Whitmore, 1997), a MOS não vem a ser uma componente simples e homogênea. Na realidade, trata-se de um heterogêneo conjunto de materiais orgânicos diferindo em composição, grau de disponibilidade para a microbiota e função no ambiente (Carter, 2001). Os diversos tipos de fracionamento de solo utilizados em estudos de MOS tentam justamente reduzir essa heterogeneidade, procurando separar frações homogêneas quanto à natureza, dinâmica e função, mas ao mesmo tempo suficientemente diferentes umas das outras (Christensen, 2000). A escolha do método de fracionamento depende do objetivo do estudo que se conduz, seja ele para a caracterização e identificação química de componentes específicos da MOS ou para a quantificação ou descrição de compartimentos da MOS importantes na ciclagem e liberação de nutrientes para as plantas (Collins et al., 1997).

O fracionamento químico em estudos da MOS é um procedimento bastante conhecido (Schnitzer, 1978; Kumada, 1987; Frimmel & Christman, 1987; Stevenson & Cole, 1999). Consiste na extração de substâncias húmicas do solo e posterior obtenção de três principais componentes (ácidos húmicos, ácidos fúlvicos e huminas) baseada em diferenças na solubilidade das substâncias húmicas em soluções ácidas ou alcalinas (Stevenson & Cole, 1999). Há numerosos trabalhos sobre substâncias húmicas em solos do Brasil (Volkoff & Cerri, 1978, 1980, 1981; Volkoff et al., 1978, 1984, 1988; Roth et al., 1992; Machado & Gerzabek, 1993; Mendonça & Rowell, 1994; Borges & Kiehl, 1996; Dick et al., 1998, 2000; Cunha & Ribeiro, 1998; Gomes et al., 1998; Benites et al., 1999; Mendonza et al., 2000; Longo & Espíndola, 2000; Marchiori Júnior & Melo, 2000; Silva et al., 2000a; Silva et al., 2000b). Todavia, o uso de diferentes extratores ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{NaOH} + \text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ , resina trocadora de íons) e diferentes quantificações de ácidos húmicos e fúlvicos (determinação de carbono de cada fração por oxidação sulfocrômica, densidade ótica) têm dificultado a comparação de resultados para o mesmo tipo de solo sob condições edafoclimáticas similares. Assim, há uma tendência da adoção do método preconizado pela Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas (Swift, 1996; Machado, 1999) por ser um procedimento adequado para os vários tipos de solos e que pode ser conduzido na maioria dos laboratórios. A realização de encontros internacionais bianuais desde 1983 e nacionais desde 1996, juntamente com a existência da Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas, têm contribuído bastante para a

caracterização das substâncias húmicas, o estabelecimento de amostras certificadas e a padronização de procedimentos de extração, em diversos materiais, incluindo o solo (<http://www.ihss.gatech.edu/>). Estima-se que 65% a 75% da matéria orgânica de grande parte dos solos minerais sejam substâncias húmicas (Schnitzer, 1978).

Estudos da matéria orgânica do solo através da extração e fracionamento de substâncias húmicas têm sido conduzidos para o entendimento da pedogênese (Cunha & Ribeiro, 1998; Gomes et al., 1998; Benites et al., 1999), da melhoria de propriedades físicas do solo (Roth et al., 1992), das interações organo-minerais (Dick et al., 1998; 2000), da diminuição da fixação de fósforo (Fontes et al., 1992) e do impacto da agricultura na qualidade do solo (Machado & Gerzabek, 1993; Longo & Espíndola, 2000; Mendonza et al., 2000). Entretanto, os métodos de fracionamento químico pouco têm contribuído para a identificação de compartimentos da MOS que diminua sob manejo intensivo e de modo distinto ao longo do tempo (Jenkinson, 1971; Duxbury et al., 1989; Cambardella & Elliott, 1992; Christensen, 1992; Oades, 1993; Collins et al., 1997). Em uma revisão sobre o controle físico da dinâmica da matéria orgânica do solo de regiões tropicais, Feller & Beare (1997) apontaram duas prováveis razões para isso:

- a) ácidos húmicos e fúlvicos, em geral, apresentam baixa taxa de transformação e, assim, dificilmente se relacionam com processos de curto prazo (de alguns dias a décadas) normalmente estudados em solos cultivados;
- b) extrações alcalinas/ácidas são altamente seletivas e ligadas à solubilidade dos compostos orgânicos, o que acarreta a extração de compostos semelhantes de compartimentos ou reservatórios (dinâmicos e funcionais) da MOS completamente diferentes.

Existe uma forte tendência em se adotarem métodos físicos para o fracionamento de solo em estudos da MOS (Turchenek & Oades, 1979; Stevenson & Elliott, 1989; Balesdent et al., 1991; Gregorich & Ellert, 1993; Golchin et al., 1997; Feller & Beare, 1997; Elliott & Cambardella, 1991; Cambardella, 1997; Christensen, 1992, 1996, 2000). Os métodos físicos são considerados menos destrutivos e mais relacionados com a função e estrutura da MOS *in situ*, do que os métodos químicos (Christensen, 1992, 1996, 2000; Feller et al., 2000). Os métodos podem ser densimétricos ou granulométricos, ou uma combinação de ambos. Uma série de esquemas de

fracionamento encontram-se descritos na literatura, não havendo uma verdadeira padronização.

O objetivo deste livro foi o de descrever e avaliar os principais métodos físicos de fracionamento do solo utilizados em estudos de matéria orgânica, enfatizando as suas possibilidades de uso e fatores limitantes. Maior ênfase foi dada aos métodos físicos, diante das crescentes evidências de que eles possibilitam a separação de reservatórios da MOS mais relacionados com suas características e dinâmica no estado natural.

Os métodos físicos de fracionamento cobrem procedimentos distintos, onde cada um está designado a um objetivo específico e não existe ainda nenhum esquema de procedimento consensual. Tais métodos vêm sendo amplamente utilizados em estudos de MOS, visando à separação de reservatórios



## Fracionamento Físico: Base Conceitual

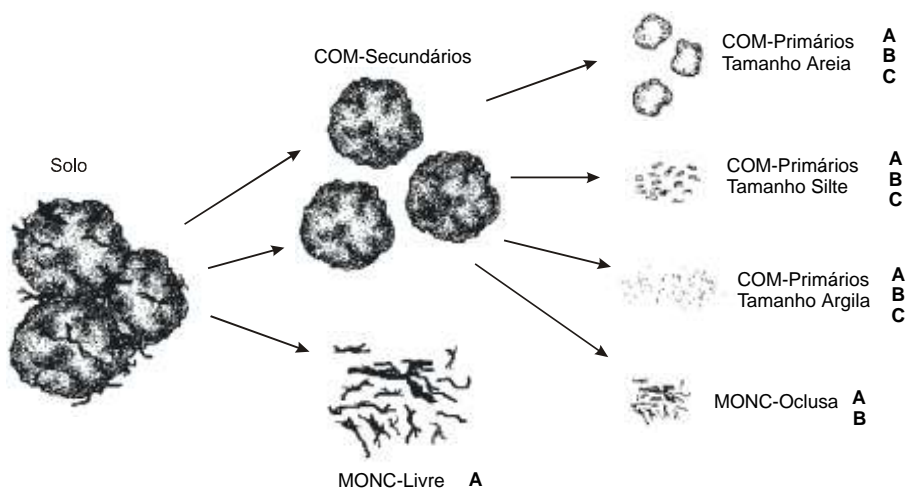


funcionais e dinâmicos, assim como ao isolamento de complexos organo-minerais, nos mais diversos ecossistemas (Turchenek & Oades, 1979; Stevenson & Elliott, 1989; Balesdent et al., 1991; Gregorich & Ellert, 1993; Golchin et al., 1997; Feller & Beare, 1997; Elliott & Cambardella, 1991; Cambardella, 1997; Christensen, 1992, 1996a, b, 2000). Assim, trata-se de um procedimento utilizado para relacionar a MOS com a agregação e estabilidade de agregados ou para a quantificação de compartimentos da MOS visando estudos sobre a dinâmica da mesma. Segundo Christensen (1992), o conceito por trás do fracionamento físico enfatiza o papel das frações minerais na estabilização e transformação da MOS. Existem vários modelos descritivos do arranjo espacial das partículas minerais e orgânicas no solo, servindo de embasamento teórico para os procedimentos utilizados em diferentes esquemas de fracionamento físicos (Oades, 1984; Oades & Waters, 1991; Golchin et al., 1994a, 1997; Christensen, 1996a, b, 2000). Tais modelos podem ser bem complexos, como o descrito por Golchin et al. (1997), mas, em geral, um modelo relativamente simples (Fig. 1) serve de base para a maioria dos esquemas de fracionamento físico utilizados (Christensen, 1996a, b, 2000).

Em tal modelo, Christensen (1996a, b, 2000) postula que, dependendo do grau de associação com a matriz do solo, a MOS pode estar livre ou fracamente associada às partículas de solo, sendo chamada de matéria orgânica não-complexada (MONC); ou estar fortemente ligada às partículas minerais, formando complexos organo-minerais (COM). Os COM são ditos primários, quando resultam da interação direta entre partículas minerais primárias e compostos orgânicos. Juntamente com a MONC, os COM-primários constituem as unidades básicas de organização das partículas minerais e orgânicas do solo (Fig. 1). Em um segundo nível hierárquico de organização, os COM-primários agrupam-se, formando agregados ou COM-secundários. Neste processo, pode ocorrer o aprisionamento de parte da

MONC no interior dos COM-secundários, dando origem a uma divisão da MONC em: livre, na superfície ou entre agregados (MONC-livre); e oclusa, dentro dos agregados em locais pouco acessíveis a microbiota (MONC-oclusa).

Segundo a hipótese hierárquica de formação e estabilização de agregados descrita por Golchin et al. (1997), um terceiro nível hierárquico de agregação ocorreria em solo onde a MOS é o principal agente agregante. COM-



**Fig. 1.** Modelo descritivo do arranjo espacial de partículas minerais e orgânicas do solo. O solo é constituído por complexos organo-minerais secundários (COM-secundários) e matéria orgânica não complexada livre (MONC-livre). Os COM-secundários, por sua vez, resultam da união de COM primários, aprisionando matéria orgânica não-complexada oclusa (MONC-oclusa). As letras próximas a cada fração representam os mecanismos de proteção contra a decomposição: A, recalcitrância; B, oclusão; e C, complexação/ligação com as partículas minerais. Maiores detalhes são dados no texto.

Fonte: Roscoe (2002a), baseado em Christensen (1996a, b, 2000).

secundários menores que 250  $\mu\text{m}$  (microagregados) juntariam-se formando os macroagregados (COM-secundários > 250  $\mu\text{m}$ ). Assim, admitem-se duas classes de COM-secundários, os micro e macroagregados. Esta concepção, apesar de estar de certa forma relacionada com a Fig. 1, não é representada na mesma. Isso se deve ao fato de a hipótese hierárquica de agregação não se aplicar a todos os solos (Oades & Waters, 1991).

No modelo da Fig. 1, a MOS encontra-se presente em diferentes reservatórios (MONC-livre, MONC-oclusa e COM-primários), com diferentes graus de disponibilidade para a (micro)biota, nos quais seriam envolvidos mecanismos específicos de proteção e estabilização da MOS. Tais mecanismos podem ser sumariados em três categorias: recalcitrância das moléculas orgânicas, oclusão dentro de agregados e ligação/complexação com a matriz mineral (Christensen, 1996a).

Diferentes componentes dos resíduos vegetais e animais apresentam complexidade distinta, exigindo aparatos enzimáticos específicos para a sua decomposição (Stevenson & Cole, 1999). Moléculas mais complexas (ex.: lignina, cutina, suberina) tendem a sofrer um processo mais lento de decomposição comparativamente a moléculas mais simples (ex.: carboidratos, proteínas), sendo mais recalcitrantes no ambiente (Baldock et al., 1992; Schulten & Leinweber, 2000). A recalcitrância intrínseca da molécula a ser decomposta é um mecanismo de proteção que atua em todos os reservatórios representados na Fig. 1, sendo exclusivo somente para a MONC-livre.

O aprisionamento da MONC-oclusa no interior de COM-secundários pode limitar a sua disponibilidade para os organismos decompositores (Christensen, 2000). Acredita-se que a oclusão física ou proteção de materiais orgânicos dentro dos COM-secundários reduza a difusão de água, ar e/ou nutrientes, restringindo o ataque de microrganismos, assim como o acesso de enzimas (Burns, 1982; Nannipieri et al., 1990; Collins et al., 1997; Hassink & Whitmore, 1997). Portanto, para a MONC-oclusa, dois dos mecanismos mencionados estariam atuando, a recalcitrância das moléculas em si e a sua oclusão dentro de agregados (Fig. 1).

A formação de COM-primários pela associação entre moléculas orgânicas e argilas silicatadas e/ou óxidos e hidróxidos de ferro e alumínio promovem uma eficiente proteção contra a decomposição (Schulten & Leinweber, 2000; Christensen, 2000). Mecanismos de adsorção e ligações químicas diversas

na superfície das argilas (ex.: pontes catiônicas e de hidrogênio, interações eletrostáticas, forças de Van der Waals) tornam os resíduos orgânicos mais resistentes ao ataque microbiano, sendo apontados como uma das razões para o relativo acúmulo de MOS em solos argilosos (Hassink & Whitmore, 1997; Schulten & Leinweber, 2000). Neste caso, para todos os COM-primários, estariam atuando dois dos mecanismos mencionados: a recalitrância e a ligação/complexação. Entretanto, alguns destes COM-primários poderiam, ainda, ser aprisionados dentro dos COM-secundários em locais de difícil acesso à microbiota, o que adicionaria um terceiro mecanismo de proteção, a oclusão (Fig. 1).

Em termos de dinâmica e grau de decomposição dos diferentes reservatórios representados na Fig. 1, geralmente observam-se maiores taxas de decomposição e menor grau de humificação para a MONC-livre. A MONC-oclusa ocupa uma posição intermediária e os COM-primários apresenta-se mais humificados e com baixas taxa de decomposição (Baldock et al., 1992; Golchin et al., 1997; Christensen, 1996a).

Levando-se em consideração as diferenças teóricas entre esses reservatórios, os métodos de fracionamento físico visam à separação dos mesmos, de forma que possam ser quantificados e caracterizados. Para tanto, distinguem-se dois grupos de métodos: os baseados na diferença em densidade entre os compartimentos (métodos densimétricos); e os que levam em consideração diferenças no tamanho de partículas (métodos granulométricos). Vale ressaltar que, muitas vezes, tais métodos são usados em combinação.

O método densimétrico baseia-se na diferença de densidade entre a fração orgânica e a mineral. A densidade dos minerais do solo geralmente excede  $2 \text{ g cm}^{-3}$ , enquanto a de compostos orgânicos é inferior a  $1,5 \text{ g cm}^{-3}$  (Gregorich & Ellert, 1993). Durante a humificação parte da MOS associa-se fortemente a

## Método Densimétrico



partículas minerais do solo, acumulando-se em frações de maior densidade (Barrios et al., 1996). A flotação em líquidos com alta gravidade específica permite, portanto, a separação da MOS em frações com densidades mais baixas e mais altas que a da solução utilizada. Tais frações são denominadas, respectivamente, leve e pesada (Gregorich & Ellert, 1993). A fração leve corresponde a MONC descrita anteriormente, dividindo-se em: livre - separada antes da dispersão dos COM-secundários em COM-primários, equivalente à MONC-livre; e oclusa - separada após a dispersão, equivalente à MONC-occlusa (Fig. 1). A fração pesada, por sua vez, equivale aos COM-primários do modelo apresentado na Fig. 1.

As primeiras tentativas de extração ou separação de resíduos vegetais do solo por densidade datam do período entre 1933 e 1941 (Feller, 1997). Mais tarde, foi introduzido o uso de ultra-som para romper agregados antes do uso de líquidos densos (Feller, 1997). Esta última técnica levava à quantificação das frações leves-livres e leves intra-agregados do solo.

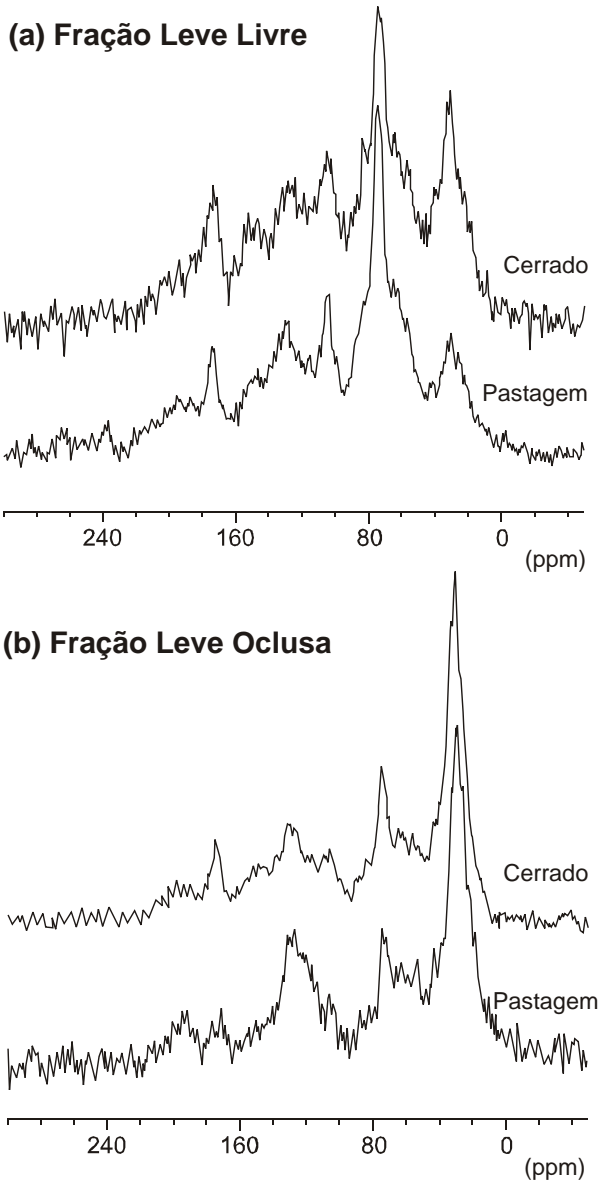
### Fração leve livre (FL-livre)

A FL-livre é constituída por materiais orgânicos derivados principalmente de restos vegetais, mas contendo quantidades razoáveis de resíduos microbianos e da microfauna, inclusive hifas fúngicas, esporos, esqueletos, peletes fecais, fragmentos de raízes e sementes (Molloy & Speir, 1977; Spycher et al., 1983; Golchin et al., 1997). Em solos sob vegetação que sofrem queimadas periódicas (ex.: savanas, cerrados), a FL-livre pode apresentar quantidades significativas de materiais carbonizados ou parcialmente carbonizados (ex.: carvão vegetal, fuligem) (Skjemstad et al., 1990, 1996; Cadisch et al. 1997; Schmidt & Noack, 2000; Roscoe et al., 2000, 2001). A composição química da FL-livre é comparável àquela de materiais vegetais e da liteira (Skjemstad et al., 1996; Freixo et al., 2002a), sendo

dominado por carboidratos de origem vegetal, principalmente celulose, mas apresentando uma relação C:N ligeiramente inferior à liteira (Golchin et al., 1997). Embora ainda semelhante à liteira, esta fração já passou por consideráveis transformações, perdendo parte dos compostos de rápida decomposição, como carboidratos e proteínas. Golchin et al. (1997), utilizando  $^{13}\text{C}$  RMN em estado sólido, observaram em solos cultivados com trigo uma redução de aproximadamente 40% do sinal atribuído ao O-alquil em amostras de FL-livre, quando comparadas a amostras de liteira. Os autores observaram ainda um aumento relativo nas intensidades dos sinais atribuídos aos compostos aromáticos e grupos alquil. Apesar dessa perda relativa, o espectro da FL-livre continuou sendo dominado por grupamentos O-alquil (Golchin et al., 1997). A mesma tendência foi observada por Roscoe et al. (2002), para um Latossolo vermelho distrófico sob vegetação de cerrado e sob pastagem de *Brachiaria* spp. por 23 anos (Fig. 2a). Os autores observaram uma clara dominância de grupamentos O-alquil (41%-44% da intensidade total), em relação aos sinais para aromáticos (22%-23%), carbonil (19%-23%) e alquil (12%-18%).

Devido a sua relativa facilidade de decomposição, a FL-livre está muito ligada, em termos de dinâmica, ao suprimento de resíduos orgânicos do sistema (Christensen, 2000). Por esta razão, a sua quantidade no solo e composição apresentam maior variabilidade espacial e sazonal que as demais frações (Spycher et al., 1983; Christensen, 2000).

A FL-livre representa apenas uma pequena parte da massa total dos solos minerais, mas pode armazenar parte significativa do carbono e nitrogênio total. A Tabela 1 sumariza resultados de fracionamentos densimétricos para diversos tipos de solo e vegetação. Enquanto a massa de solo representada pela FL-livre varia entre 0,4%-6,7% do peso, a quantidade de carbono presente nesta fração pode atingir valores superiores a um terço do carbono total da amostra (Tabela 1). Com relação ao tipo de clima, não há uma clara tendência para o acúmulo de C orgânico na FL-livre. Entretanto os teores tendem a ser mais elevados para solos sob vegetação nativa, sobretudo florestas (Tabela 1). Pastagens cultivadas tendem a manter as quantidades de FL-livre, enquanto áreas com culturas anuais sofrem reduções acentuadas em comparação a áreas nativas. O Sistema Plantio Direto, comparado ao plantio convencional, pode manter valores mais altos de FL-livre (referência C - Tabelas 1 e 2), embora em alguns estudos não haja diferença entre esses métodos de manejo do solo (referência F - Tabela 1).



**Fig. 2.** Espectros de  $^{13}\text{C}$  RNM em estado sólido para (a) fração leve livre separada em uma solução de NaI ( $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ) antes da completa dispersão do solo com ultrassom, e (b) fração leve oclusa, separada após a dispersão.

Fonte: Roscoe et al. (2002a).

**Tabela 1.** Tipo de solo, clima e vegetação, teor de argila ( $\text{g kg}^{-1}$ ), teor de carbono orgânico total (CT, em  $\text{g kg}^{-1}$ ), peso de FL-livre em relação ao solo total (Peso, em  $\text{g kg}^{-1}$ ), teores de carbono da FL-livre (C, em  $\text{g kg}^{-1}$  de fração) e quantidade de carbono na FL-livre expressa em relação ao carbono total (C/CT, em percentagem).

Fonte	Solo	Clima	Vegetação	Argila	CT	FL-livre Peso	C	C/CT
A <sup>a</sup>	Natrixeralf	Mediterrâneo	Floresta	120	35,3	24	283	19
A	Hapludalf	Subtropical	Floresta	230	25,0	14	258	15
A	Chromustert	Subtropical	Floresta	520	41,7	43	301	31
A	Rhodoxeralf	Mediterrâneo	Pastagem	170	28,2	9	247	8
A	Pellustert	Subtropical	Pastagem	720	28,0	6	327	7
B	Inceptisol	Temperado	Floresta	280	81,6	30	325	12
B	Inceptisol	Temperado	Pastagem	220	44,4	10	302	8
B	Inceptisol	Temperado	Milho-PC <sup>b</sup>	220	17,7	4	279	6
B	Andisol	Temperado	Pastagem	280	102,0	20	226	5
B	Andisol	Temperado	Cevada-PC <sup>b</sup>	240	82,8	10	290	4
C	3 solos <sup>c</sup>	Temperado	Milho/Soja-PC	–	23,0	–	–	4
C	3 solos <sup>c</sup>	Temperado	Milho/Soja-PD	–	25,1	–	–	7
D	Oxisol	Tropical	Floresta	550	73,0	12	307	5
D	Oxisol	Tropical	Pastagem	550	51,5	15	269	8
D	Oxisol	Tropical	Pastagem	550	84,0	23	234	7
E	LE	Tropical	Cerrado	870	64,7	67	344	36
E	LE	Tropical	Cerrado	870	61,4	56	345	32
E	LE	Tropical	Pastagem	880	32,3	8	257	6
E	LE	Tropical	Pastagem	840	24,9	12	289	10
F	LE	Tropical	Cerrado	870	41,9	29	258	18
F	LE	Tropical	Milho-PD <sup>b</sup>	850	31,4	6	210	4
F	LE	Tropical	Milho-PC <sup>b</sup>	850	31,1	7	240	5
G	LA	Tropical	Cerrado	580	46,8	–	–	18
H	LVdf	Subtropical	Floresta	560	45,0	–	–	32

<sup>(1)</sup> A) profundidade de 0 a 10 cm, solo passado em peneira de 2 mm e densidade de separação de  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; B) 0 a 10 cm, < 6 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; C) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; D) 0 a 7,5 cm, < 2 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; E) 0 a 3 cm, < 2 mm e  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$ ; F) 0 a 7,5 cm, < 2 mm e  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$ ; G) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ ; H) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ .

<sup>(2)</sup> PC - plantio convencional e PD - plantio direto.

<sup>(3)</sup> Os valores representam médias para três tipos de solo, um "fine, montmorillonitic, mesic Aquic Argiull", um "somewhat poorly drained Fine-silty mixed mesic Aquic Argiull" e um "poorly drained Fine, silty, mixed mesic Typic Haplaquoll".

Fonte: A - Golchin et al. (1994b); B - Parfitt et al. (1997); C - Wander & Bidart (2000); D - Golchin et al. (1995); E - Roscoe et al. (2001); F - Roscoe & Buurman (2003); G - Freixo et al. (2002b); H - Freixo et al. (dados não publicados).



A quantidade de FL-livre pode ser influenciada pelo tipo de vegetação, mas normalmente há um acúmulo nos horizontes superficiais. Em sistemas dominados pela deposição superficial de liteira, como florestas e savanas densas, este acúmulo é mais acentuado que em sistemas onde predomina a deposição de liteira subterrânea (resíduos de raízes), como pastagens nativas e cultivadas. Tal fenômeno foi observado por Roscoe et al. (2001), quando comparou um cerrado sensu-stricto denso com uma pastagem cultivada por 23 anos. No cerrado, observou-se uma quantidade de carbono orgânico presente na FL-livre bastante elevada na superfície ( $150 \text{ g dm}^{-3}$ ), que foi reduzida drasticamente já no primeiro horizonte subjacente ( $\sim 20 \text{ g dm}^{-3}$ ), enquanto na pastagem não foi observado tal acúmulo na superfície.

Como dito anteriormente, o único mecanismo de proteção atuando na FL-livre é a recalitrância do material constituinte dessa fração (Fig. 1). A FL-livre, portanto, tende a ser a mais disponível para a (micro)biota dentre as frações densimétricas (Gregorich & Ellert, 1993; Golchin et al., 1995). Trumbore & Zheng (1996), analisando solos de diferentes grupos, distribuídos nos trópicos e em zonas temperadas, observaram que o conteúdo de  $^{14}\text{C}$  da FL (<

**Tabela 2.** Teor de carbono orgânico (C total) de um Pachic Haplustoll (Sidney, Nebraska, USA) e de um Latossolo Vermelho (Passo Fundo, RS) e da fração leve (C FL) da matéria orgânica de amostras coletadas na profundidade de 0-20 cm.

Fonte	Uso do solo	C total	C FL
Cambardella & Elliott (1992) Pachic Haplustoll	-----g m <sup>2</sup> -----		
	Arado de aiveca	3.055 c <sup>(1)</sup>	563 c
	Cultivo mínimo	3.494 b	681 c
	Plantio direto	3.729 b	926 b
	Pradaria nativa	4.237 a	1.671 a
-----g kg <sup>-1</sup> -----			
Freixo et al. (submetido para publicação)	Arado de disco (trigo-soja)	17,7 (0,2) <sup>(2)</sup>	1,2 (01)
	Plantio direto (trigo-soja)	26,9 (1,1)	3,9 (02)
	Floresta secundária	45,0 (4,3)	14,6 (0,3)

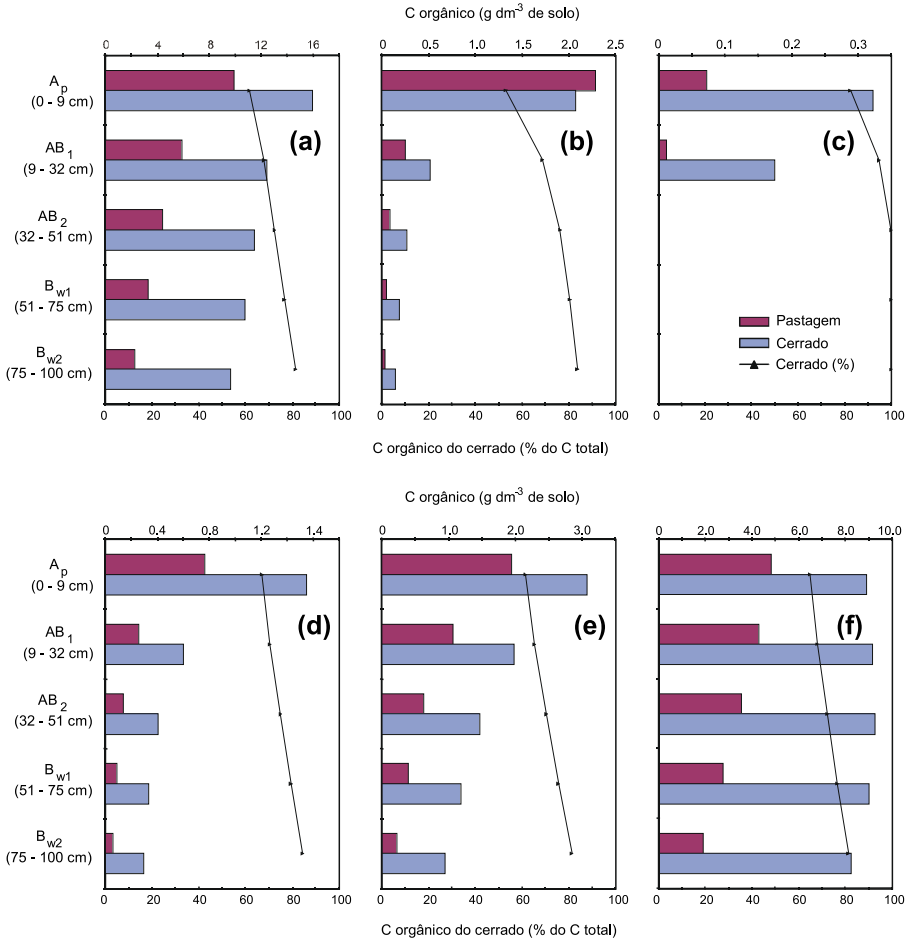
<sup>(1)</sup> Valores na coluna seguidos pela mesma letra não apresentam diferença significativa (P 0.05).

<sup>(2)</sup> Valores entre parênteses indicam desvio padrão da média (n=3).

2,0 g cm<sup>-3</sup>) era sempre muito próximo ao observado para o CO<sub>2</sub> atmosférico na data de coleta das amostras, o que sugere uma rápida reciclagem deste reservatório de carbono no solo. Entretanto, conforme sugerido por Cadisch et al. (1997) e Six et al. (1998), a FL-livre pode não ser dinamicamente homogênea. Materiais recalcitrantes, como carvão (Skjemstad et al., 1990, 1996; Cadisch et al. 1997; Schmidt & Noack, 2000; Roscoe et al., 2000, 2001), podem ser encontrados nesta fração, alterando sua dinâmica como um todo. Roscoe et al. (2001), utilizando a abundância natural do isótopo estável <sup>13</sup>C, observaram que somente 50% da FL-livre havia reciclado no horizonte A, após 23 anos de pastagem cultivada (Fig. 3b). Os autores observaram ainda que, a ciclagem da FL-livre foi maior que a das frações pesadas somente nesta primeira profundidade (Fig. 3b, c, d, e). A identificação por microscopia ótica de fragmentos de carvão na FL-livre levou os autores a concluir que a dinâmica dessa fração, no solo estudado, é altamente influenciada pela presença de material carbonizado.

## **Fração leve oclusa (FL-oclusa)**

A FL-oclusa compreende um diversificado conjunto de compostos orgânicos, incluindo resíduos de plantas, peletes fecais, grãos de pólen, pêlos radiculares e estruturas fúngicas, com um tamanho reduzido e um grau de decomposição mais avançado em comparação à fração livre (Golchin et al., 1994b, 1997; Christensen, 2000). Além disso, quantidades relevantes de materiais orgânicos não reconhecíveis são observados (Golchin et al., 1994b, 1997; Christensen, 2000). Existem, também, fortes evidências da presença de materiais carbonizados nesta fração (Schmidt & Noack, 2000). A mudança em composição química da FL-livre para a oclusa segue o mesmo padrão observado da liteira para a FL-livre, ou seja, uma considerável redução nos teores de grupos O-alquil, com preservação relativa de aromáticos e grupos alquil (Baldock et al., 1992; Golchin et al., 1994b, 1997). Tal comportamento pode ser observado na Fig. 2, na qual observa-se uma clara mudança na dominância do espectro de <sup>13</sup>C RMN nas frações oclusas (Fig. 2b), quando comparado às livres (Fig. 2a). Segundo Baldock et al. (1992), este decréscimo relativo em grupos O-alquil e aumento em grupos alquil está relacionado não só com a perda mais acentuada dos primeiros (principalmente na forma de carboidratos), mas também à síntese de grupos alquil (polimetilenos) pela microbiota. Baldock et al. (1989, 1990a, b) demonstraram que microrganismos do solo são capazes de produzir



**Fig. 3.** Conteúdo de carbono orgânico ( $g\ dm^{-3}$  de solo) originário da vegetação original (cerrado stricto sensu denso) e da pastagem de *Brachiaria* spp. (barras sólidas) e percentagem do C orgânico proveniente da vegetação original (linha e triângulos), para cada horizonte, após 23 anos de converção do cerrado em pastagem: (a) no solo total; (b) na FL-livre; (c) na FL-oclusa; e nos COM-primários do tamanho (d) areia, (e) silte e (f) argila.

Fonte: Adaptado de Roscoe et al. (2001).

consideráveis quantidades de compostos ricos em grupamentos alquil a partir de carboidratos (glicose). Num estudo de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier conduzido em amostras de Latossolo da região do Cerrado e do Sul do Brasil, Freixo et al. (2002a) observaram que os espectros da FL-oclusa apresentaram bandas de absorção N-H e C-O de polissacarídeos menos intensas e em maior conjugação que os espectros da FL-livre, indicando, assim, que o material orgânico da FL-oclusa é mais humificado. Os autores também observaram uma maior transformação estrutural da FL-oclusa de solos sob aração de discos e gradagem leve, quando comparadas com a FL-oclusa de solos sob plantio direto e vegetação natural.

A FL-oclusa pode representar entre 0,1%-26,0% da massa total de solos superficiais, armazenando de 1%-39% do C orgânico total (Tabela 3). Em geral, nenhuma tendência clara com relação à vegetação, textura e uso do solo pode ser derivada da Tabela 3. Por outro lado, os valores observados são mais elevados para solos de clima temperado, mediterrâneo e sub-tropical, o que sugere uma interferência do tipo de clima na quantidade de FL-oclusa. Entretanto, este efeito pode estar sendo confundido com o efeito de tipos diferentes de solos, pois todos os estudos em clima tropical analisaram Oxisols. Devido a sua mineralogia dominada por caulinita e oxi-hidróxidos de Fe e Al, a maioria destes solos são caracterizados pela presença de estrutura forte granular muito pequena (Oliveira et al., 1992), o que parece conferir-lhes uma pequena capacidade de armazenamento de FL-oclusa (Roscoe et al., 2001, 2002b). Isso estaria relacionado ao pequeno volume das unidades estruturais (agregados ou COM-secundários), diminuindo a possibilidade de oclusão. Solos com estruturas em blocos, provavelmente apresentem maior capacidade de aprisionamento de materiais orgânicos em locais de difícil acesso para a microbiota e enzimas. Esta hipótese, contudo, ainda não foi sistematicamente testada e necessita maiores investigações.

O processamento da amostra antes do fracionamento também constitui um importante aspecto na quantificação de FL-oclusa. Quando o solo é passado em peneira de 2 mm antes do fracionamento, estruturas com diâmetro médio superiores a este valor são excluídas ou rompidas para que passem na peneira. A quebra destas estruturas pode liberar parte da FL-oclusa, sendo esta recuperada como FL-livre. Esta diferença na malha da peneira é certamente responsável (pelo menos em parte) pelas altas percentagens de FL-oclusa (em relação ao carbono total) observadas por Parfitt et al. (1997) (referência B, Tabela 3) quando comparadas às dos outros experimentos. Por

**Tabela 3.** Tipo de solo, clima e vegetação, teor de argila ( $\text{g kg}^{-1}$ ), teor de carbono orgânico total (CT, em  $\text{g kg}^{-1}$ ), peso de FL-oclusa em relação ao solo total (Peso, em  $\text{g kg}^{-1}$ ), teores de carbono da FL-oclusa (C, em  $\text{g kg}^{-1}$  de fração) e quantidade de carbono na FL-oclusa expressa em relação ao carbono total (C/CT, em percentagem).

Fon- te	Solo	Clima	Vegetação	Argil a	CT	FL-oclusa Peso	C	C/CT
A <sup>(1)</sup>	Natrixeralf	Mediterrâneo	Floresta	120	35,3	82	394	9
A	Hapludalf	Subtropical	Floresta	230	25,0	108	384	17
A	Chromustert	Subtropical	Floresta	520	41,7	181	402	18
A	Rhodoxeralf	Mediterrâneo	Pastagem	170	28,2	69	396	10
A	Pellustert	Subtropical	Pastagem	720	28,0	126	347	16
B	Inceptisol	Temperado	Floresta	280	81,6	160	199	39
B	Inceptisol	Temperado	Pastagem	220	44,4	70	219	28
B	Inceptisol	Temperado	Milho-PC <sup>(2)</sup>	220	17,7	20	168	21
B	Andisol	Temperado	Pastagem	280	102,0	260	117	15
B	Andisol	Temperado	Cevada-PC <sup>(2)</sup>	240	82,8	110	119	16
C	3 solos <sup>(3)</sup>	Temperado	Milho/Soja-PC	–	23,0	–	–	13
C	3 solos <sup>(3)</sup>	Temperado	Milho/Soja-PD	–	25,1	–	–	21
D	Oxisol	Tropical	Floresta	550	73,0	67	440	4
D	Oxisol	Tropical	Pastagem	550	51,5	43	460	4
D	Oxisol	Tropical	Pastagem	550	84,0	20	450	1
E	LE	Tropical	Cerrado	870	64,7	1,3	442	1
E	LE	Tropical	Cerrado	870	61,4	2,0	378	1
E	LE	Tropical	Pastagem	880	32,3	1,0	352	1
E	LE	Tropical	Pastagem	840	24,9	1,6	442	2
F	LE	Tropical	Cerrado	870	41,9	1,7	404	2
F	LE	Tropical	Milho-PD <sup>(2)</sup>	850	31,4	1,4	407	2
F	LE	Tropical	Milho-PC <sup>(2)</sup>	850	31,1	1,1	436	2
G	LA	Tropical	Cerrado	580	46,8	–	–	1,7
H	LVdf	Subtropical	Floresta	560	45,0	–	–	2,4

<sup>(1)</sup> A) profundidade de 0 a 10 cm, solo passado em peneira de 2 mm e densidade de separação de  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; B) 0 a 10 cm, < 6 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; C) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; D) 0 a 7,5 cm, < 2 mm e  $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ; E) 0 a 3 cm, < 2 mm e  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$ ; F) 0 a 7,5 cm, < 2 mm e  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$ ; G) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ ; H) 0 a 5 cm, < 2 mm e  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ . <sup>(2)</sup> PC - plantio convencional e PD - plantio direto.

<sup>(3)</sup> Os valores representam médias para três tipos de solo, um "fine, montmorillonitic, mesic Aquic Argiudoll", um "somewhat poorly drained Fine-silty mixed mesic Aquic Argiudoll" e um "poorly drained Fine, silty, mixed mesic Typic Haplaquoll".

Fonte: A - Golchin et al. (1994b); B - Parfitt et al. (1997); C - Wander & Bidart (2000); D - Golchin et al., (1995); E - Roscoe et al., (2001); F - Roscoe & Buurman (2003); G - Freixo et al. (2002b); H - Freixo et al. (dados não publicados).

outro lado, esta diferenciação pode não ser importante quando a unidade estrutural básica do solo tem um diâmetro médio inferior a 2 mm, como muitos dos latossolos oxidicos (Oliveira et al., 1992; Ferreira et al., 1999).

Assim como a FL-livre, a quantidade de FL-oclusa tende a decrescer com a profundidade. Em muitos casos, as quantidades tendem a ser desprezíveis abaixo da camada superficial, uma vez que a agregação e o teor total de carbono também reduzem com a profundidade.

Conforme ilustrado pelo modelo teórico apresentado na Fig. 1, a FL-oclusa apresenta dois dos mecanismos de proteção levantados por Christensen (1996a): a recalitrância intrínseca das moléculas e a oclusão no interior de agregados. Por este motivo, esta fração geralmente possui um tempo de ciclagem maior que a FL-livre (Gregorich & Ellert, 1993). Roscoe et al. (2001), usando a abundância natural do isótopo  $^{13}\text{C}$ , observaram que, depois de 23 anos de pastagem, em uma área previamente coberta por um cerrado *stricto sensu* denso, somente 19% e 6% do C orgânico era originário da pastagem na FL-oclusa nas profundidades de 0-9 cm e 9-32 cm, respectivamente (Fig. 3c). Nestas mesmas profundidades, as quantidades de C orgânico originário das gramíneas na FL-livre foram, respectivamente, de 47% e 32% (Fig. 3b), sugerindo uma maior taxa de ciclagem para esta fração.

## Fração pesada (FP)

A fração pesada (FP) é constituída por materiais orgânicos em avançado estágio de decomposição, não identificáveis visualmente, fortemente ligados a fração mineral, constituindo os COM-primários (Fig. 1) (Christensen, 2000). Acredita-se que esta fração seja dominada por compostos orgânicos de elevada recalitrância, como remanescentes de cutina e suberina, assim como materiais resistentes, sintetizados pela microbiota durante o processo de decomposição (Baldock et al., 1992). Apesar de materiais carbonizados apresentarem densidades caracteristicamente baixas, alguns autores têm sugerido sua presença nesta fração (Schmidt & Noack, 2000), o que seria possível caso estivessem ligados às partículas minerais, aumentando a sua densidade. Baldock et al. (1992) ressaltam, ainda, a possibilidade de significativas quantidades de materiais recentes e pouco recalitrantes (como polissacarídeos de origem microbiana) aderirem-se à superfície de argilas.

A fração pesada concentra a maior parte do carbono orgânico do solo, sendo

responsável, na maioria das vezes, por mais de 90% do carbono total (Christensen 1992, 1996b, 2000; Roscoe et al., 2001, 2002, 2003). Num Latossolo de Santo Antônio de Goiás (GO), Freixo et al. (2002b) também constataram que 60% a 90% do carbono orgânico total estava localizado na fração pesada de granulometria mais fina. A aração do solo com arado de aiveca, seguida de gradagens leves, aumentou a tendência de acúmulo de carbono orgânico nessa fração, em relação ao solo sob vegetação de cerrado e plantio direto. As concentrações de carbono por massa de fração, no entanto, são relativamente baixas, o que representa um sério problema para a sua análise por métodos espectrométricos ou pirólise CG/EM (Oades et al., 1987; Bleam, 1991; Saiz-Jimenez, 1996; Piccolo & Conte, 1998). Para se realizarem tais análises, o material orgânico deve ser extraído (ex. com solução alcalinas de NaOH,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ) ou concentrado através da dissolução da matriz mineral (ex. tratamento com HCl/HF).

A composição e dinâmica dos compostos orgânicos presentes em COM-primários de distintas classes de tamanho podem diferir entre si, principalmente entre as frações silte e argila (Baldock et al., 1992; Feller & Beare, 1997; Schulten & Leinweber, 2000; Christensen, 1992, 1996a,b, 2000). Todavia, estas diferenças são, geralmente, muito menores que as observadas entre a fração pesada e as leves (Baldock et al. 1992). Como todos os processos de proteção da matéria orgânica do solo podem estar envolvidos na estabilização dos compostos orgânicos da fração pesada (Fig. 1), esta é considerada a mais estável das frações densimétricas, sendo caracterizada por uma baixa taxa de ciclagem (Gregorich & Ellert, 1993; Christensen, 1992, 1996a,b, 2000). Entretanto, Roscoe et al. (2001), comparando a substituição do C de um cerrado *stricto sensu* pelo C de pastagem em diferentes frações densimétricas, mostraram que as frações pesadas apresentaram maiores percentagens de carbono proveniente da nova vegetação (gramínea) do que a FL-oclusa (Fig. 3). Isso sugere uma ciclagem mais lenta de FL-oclusa em comparação com as frações pesadas, o que contradiz o que é correntemente observado na literatura. Todavia, o carbono presente na fração pesada pode estar em COM-primários recalitrantes ou materiais recentemente depositados pela microbiota, aderidos à sua superfície (Baldock et al., 1992). Isso faria com que as frações pesadas fossem uma mistura de materiais mais recalitrantes e recentes, reduzindo o tempo médio de ciclagem dessa fração como um todo, em relação ao material recalitrante no interior dos agregados. Os autores do

trabalho levantaram, ainda, a hipótese alternativa de que a baixa percentagem de C proveniente das gramíneas ( $C_4$ ) na FL-oclusa seria um resultado do acúmulo preferencial de carvão com um  $^{13}C$  próximo ao da vegetação  $C_3$  (dominante no cerrado estudado) nesta fração (Roscoe et al., 2001). Todavia, esse estudo levanta dúvidas sobre a possibilidade de generalização do comportamento dinâmico das frações densimétricas de solos com diferentes mineralogias e processos de formação.

## **Aspectos metodológicos**

Para o fracionamento densimétrico são utilizadas soluções orgânicas ou salinas com densidades ajustadas entre 1,4 e 2,2 g cm<sup>-3</sup> (Gregorich & Ellert, 1993; Christensen, 1992). Em uma ampla revisão sobre fracionamento físico, Christensen (1992) ressaltou as dificuldades de se estabelecerem comparações entre estudos, em função dos diferentes procedimentos de fracionamento densimétrico adotados. O autor identificou, entre os trabalhos avaliados, 19 tipos de soluções com ou sem aditivos, ajustadas para diferentes densidades e utilizando distintos tratamentos de dispersão. Os líquidos orgânicos (ex.: tetrabromoetano, bromofórmio, tetracloroetano) estão sendo substituídos por soluções salinas inorgânicas (ex.: politungstato de sódio, iodeto de sódio, brometo de zinco) devido à alta toxicidade de hidrocarbonetos halogenados (Six et al., 1999b). Spycher et al. (1983) ressaltaram as vantagens, em termos de segurança e comodidade, das soluções inorgânicas. Soluções de iodeto de sódio (NaI) têm sido largamente utilizadas (Roscoe et al., 2000, 2001, 2002, 2003; Sohi et al., 2001; Freixo et al., 2002b), principalmente devido aos menores custos, sendo até mesmo recomendadas como padrão por Gregorich & Ellert (1993) na separação de frações leves, com uma densidade ajustada entre 1,6 e 1,8 g cm<sup>-3</sup>. Entretanto, o NaI ainda apresenta um considerável nível de toxicidade, sendo recomendado o uso de luvas e máscaras de proteção, evitando o contato com a pele e inalação do iodo. Alguns autores vêm recomendando o uso de uma suspensão coloidal de Si, conhecida pelo nome comercial de LudoX, a qual não apresenta nenhuma toxicidade, inclusive para a microbiota, o que vem a ser extremamente vantajoso em estudos de incubação das frações separadas (Magrid et al., 1996). A grande desvantagem do LudoX é o seu limite máximo de densidade (1,4 g cm<sup>-3</sup>), inadequado para muitos propósitos como, por exemplo, uma estimativa real dos teores de fração leve (Meijboom

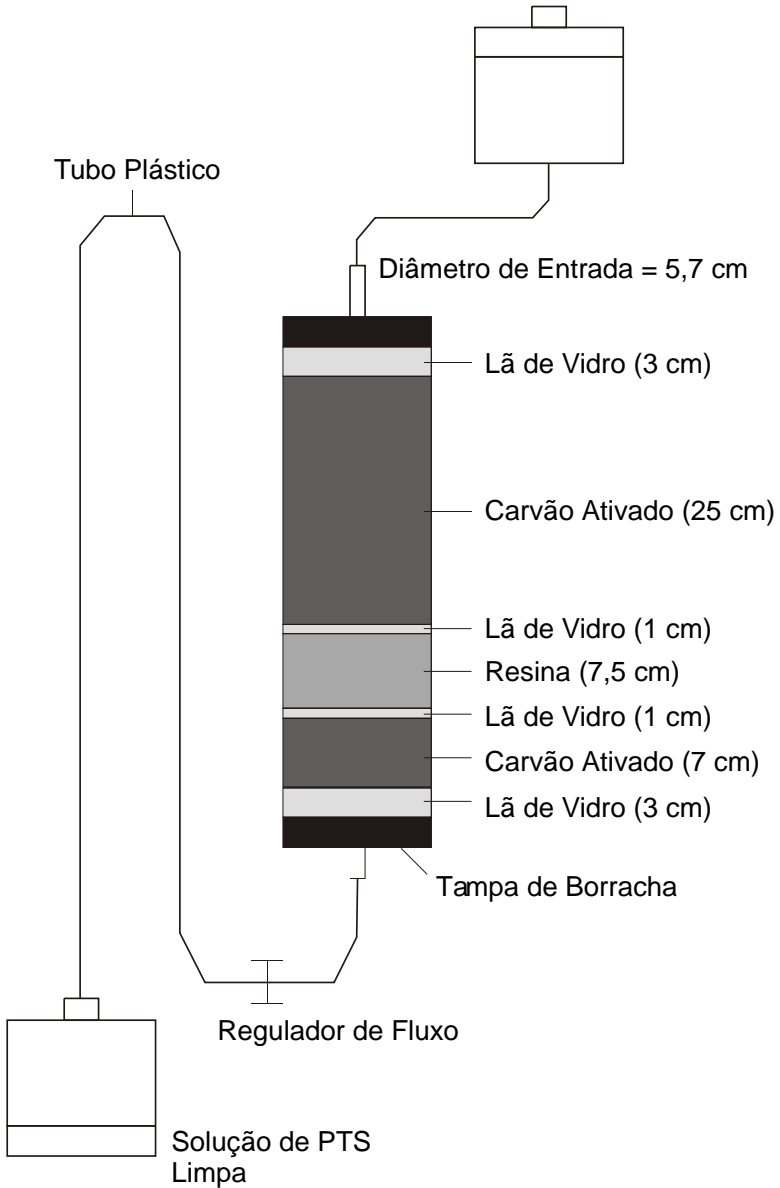


et al., 1995). Um outro sal, o politungstato de sódio [ $\text{Na}_6(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40})$ ], tem sido recomendado pela sua baixa toxicidade, além de permitir a elaboração de soluções com a t é  $3,1 \text{ g cm}^{-3}$  (Six et al., 1999b; Shang & Tiessen, 2001). Apesar de seu custo relativamente elevado, o politungstato de sódio pode ser facilmente reciclado por percolação em uma sequência de carvão ativado e resina trocadora de cátions, conforme descrito por Six et al. (1999b), Fig. 4.

Segundo Dalal & Mayer (1984), o sucesso na obtenção da fração leve é altamente dependente da densidade da solução. Sohi et al. (2001) demonstraram, através de análise de variância, que uma quantidade maior de fração leve-livre de um solo arenoso foi obtida com solução de NaI, a uma densidade de  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ , do que a  $1,6$  ou  $1,7 \text{ g cm}^{-3}$ . Em outros dois solos (textura média a argilosa) a quantidade foi igual para as três densidades consideradas. Todavia, para a fração leve intra-agregado, a quantidade obtida para os três solos foi altamente dependente da densidade da solução, onde a maior quantidade foi encontrada para a solução a  $1,8 \text{ g cm}^{-3}$ . Estas constatações são provavelmente devido às associações com as partículas organo-minerais.

O procedimento para a obtenção de frações leves envolve a dispersão de uma quantidade de amostra de solo numa solução densa. Este é outro aspecto que dificulta a comparação de resultados, pois muitos autores não informam se a amostra de solo é TFSA (terra fina seca ao ar) ou com umidade natural, destorroadada e tamisada em peneira de 2 mm ou de malhas maiores (ex.: 6 mm, Parfitt et al., 1997). O tempo de dispersão é, também, omitido em alguns casos e, quando relatados, variam de 30 segundos (Sohi et al., 2001) a 15 (Cambardella & Elliott, 1992) ou 18 horas (Hussain et al., 1999). Há casos em que a amostra de solo e a solução de NaI, após agitação por 30 segundos, foi deixada em repouso por 48 horas antes de se retirar o material orgânico por sucção e filtração a vácuo (Janzen et al., 1997; Bremer et al., 1994). Existem ainda procedimentos onde, após dispersão do solo por agitação na solução de alta densidade, a suspensão é transferida para uma peneira de  $53 \mu\text{m}$  (Hussain et al., 1999) ou primeiro para uma peneira de  $100 \mu\text{m}$  seguida de outra de  $53 \mu\text{m}$  (Cadish et al., 1997). Diante de tal variabilidade em procedimentos metodológicos, recomenda-se sempre a descrição detalhada dos mesmos, para que possam ser comparados com a literatura.

Um esquema básico de fracionamento envolve a separação em FL-livre, FL-

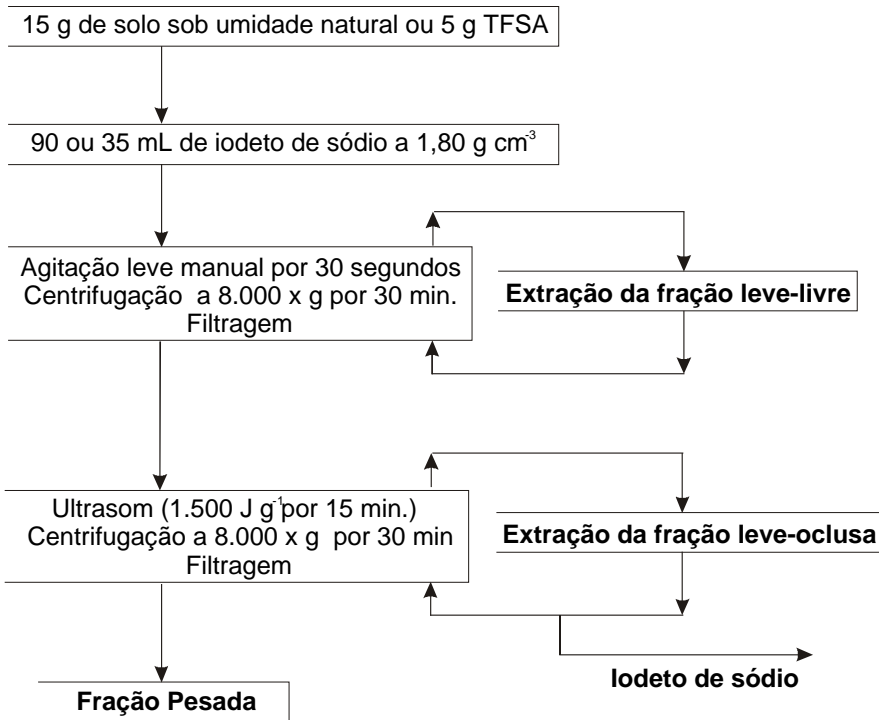


**Fig. 4.** Diagrama da coluna de reciclagem do politungstato de sódio (PTS).

**Fonte:** adaptado de Six et al. (1999b).

oclusa e FP, conforme descrito por Sohi et al. (2001) (Fig. 5). O procedimento, originalmente desenvolvido para quantificar frações distintas da MOS para modelos de simulação da dinâmica da MOS, pode ser executado em solos na umidade natural passados em peneira de 6 mm ou em terra fina seca ao ar (< 2 mm). Pode ainda ser aplicado a diferentes classes de agregados, após a sua separação por peneiramento úmido ou seco (Six et al., 1998), ou a diferentes classes texturais, após o fracionamento granulométrico (Baldock et al., 1992; Six et al., 2000b). Conforme discutido anteriormente, as quantidades de FL-livre e FL-oclusa podem variar significativamente em função do tipo de preparação da amostra, antes do fracionamento densimétrico. A quebra de agregados, passando-os em peneiras de 2 mm, como normalmente é feito em análises químicas de rotina, pode fazer com que parte da FL-oclusa seja recuperada na FL-livre. Portanto, recomenda-se uma avaliação preliminar do tipo de estrutura predominante no solo, para que se defina a malha da peneira a ser utilizada. Até o momento, nenhum estudo mais detalhado, envolvendo diferentes tipos de solo, foi realizado para avaliar o efeito de diferentes pre-tratamentos na quantidade e qualidade do material recolhido em cada uma das FLs.

O esquema de fracionamento densimétrico descrito por Sohi et al. (2001) (Fig. 5) apresenta duas fases distintas de dispersão do solo. Na primeira, agita-se levemente a suspensão de solo + NaI ( $1,6-1,8 \text{ g cm}^{-3}$ ) por 30 segundos, sendo um processo envolvendo baixo nível de energia. Embora existam variações na literatura para esta primeira fase de dispersão, o importante é ter uma quantidade de energia suficiente para colocar todas as partículas em suspensão, porém insuficiente para quebrar os agregados, o que liberaria a FL-oclusa. No segundo processo de dispersão, o objetivo é romper todos os agregados, liberando assim o material ocluso. Vários procedimentos têm sido recomendados nesta fase, envolvendo agitação mecânica por longos períodos (16-24 horas), na presença de esferas de vidro e/ou agentes dispersantes (Balesdent et al., 1988, 1991, 1998; Feller et al., 1991; Balesdent, 1996; Gale et al., 2000a, b; Six et al., 1998) ou, como representado na Fig. 5, utilizando-se energia ultrasônica (Gregorich & Ellert, 1993; Parfitt et al., 1997; Sohi et al., 2001; Roscoe et al., 2000, 2001, 2002, 2003). O ultrassom vem sendo amplamente utilizado, sobretudo devido à possibilidade de quantificação da energia aplicada (North, 1976; Sá et al., 1999; Roscoe et al., 2000). Embora não tão crítico como para o fracionamento granulométrico, diferentes quantidades de energia podem afetar a quantidade de FL-oclusa



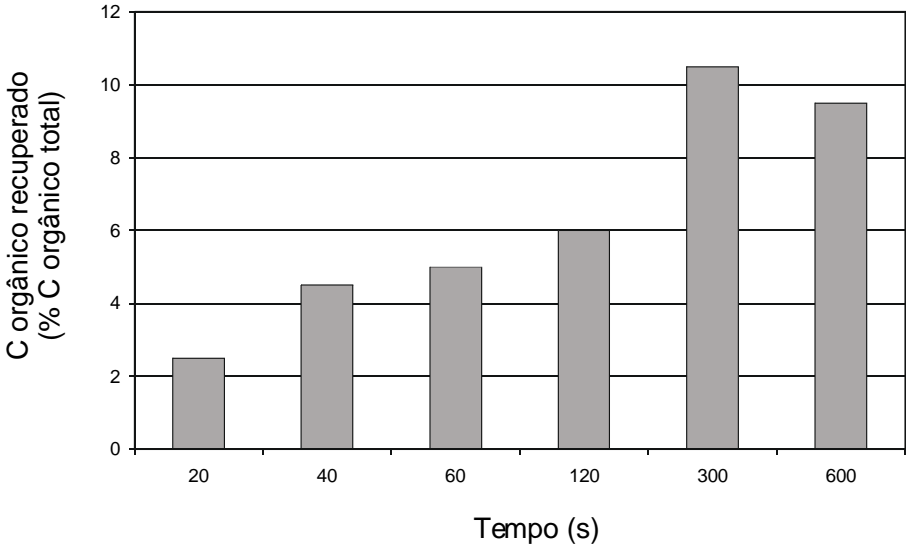
**Fig. 5.** Fracionamento densimétrico.  
Fonte: Sohi et al. (2001).

recuperada, uma vez que energia insuficiente deixaria intactos agregados mais resistentes. Este fenômeno foi observado por Golchin et al. (1994b) em um solo de textura média (Rhodoxeralf) (Fig. 6). Estudos sistemáticos envolvendo diferentes tipos de solos na avaliação da magnitude de tal interferência ainda não foram realizados, mas normalmente recomenda-se a utilização de energia suficiente para romper todos os agregados secundários presentes na fração areia (Christensen, 1992; Roscoe et al., 2001). O assunto será discutido em maiores detalhes para o fracionamento granulométrico (seção: Métodos Granulométricos).

A fração leve, por constituir-se de material orgânico não-complexado, deve possuir um conteúdo de cinzas baixo e restrito apenas aos minerais inerentes ao resíduo vegetal ou animal (Christensen, 2000). Entretanto, há

estudos onde o teor de cinzas de frações leves podem ser superiores a  $500 \text{ g kg}^{-1}$  ou o conteúdo de carbono ser menor que  $250 \text{ g kg}^{-1}$  (Christensen, 1992). Em muitos casos, este elevado teor de cinzas está relacionado a contaminações por partículas minerais durante o fracionamento. Quando os agregados são umedecidos, bolhas de ar podem ficar aprisionadas em microporos no seu interior, reduzindo a sua densidade (Christensen, 1992). Observa-se que o teor de C orgânico varia entre  $210$  e  $350 \text{ g kg}^{-1}$  na FL-livre (Tabela 1) e entre  $120$  e  $460 \text{ g kg}^{-1}$  na FL-oclusa (Tabela 3). Na maioria das vezes, os teores são mais elevados para a FL-oclusa. No entanto, em solos com elevados teores de aluminossilicatos amorfos (Andisols), a FL-oclusa pode apresentar reduzido teor de C orgânico (referência B - Tabela 3), devido a contaminações por tais minerais. Quando  $^{13}\text{C}$  NMR e pirólise CG/EM forem usadas na caracterização da FL, tratamentos suplementares para reduzir o teor de cinzas são recomendados (ex. tratamento com HCl/HF e ditionito) (Oades et al., 1987; Bleam, 1991; Saiz-Jimenez, 1996; Piccolo & Conte, 1998).

O método granulométrico é empregado para a separação de COM-secundários (agregados de diferentes classes de tamanho), por peneiramento seco ou úmido, ou para a separação de COM-primários, definidos em função de classes texturais: areia, silte e argila (Fig. 1) (Christensen, 1992, 1996a, 2000). De acordo com Feller (1998) foi o químico francês Schloesing, em 1874, quem primeiro publicou um método de fracionamento granulométrico completo do solo para estudos de fatores determinantes da estabilidade de agregados de solos cultivados. A separação de COM-secundários é classicamente utilizada em estudos de manejo do solo (Yoder, 1936; Kemper, 1965; Kemper & Chepil, 1965), mas somente recentemente vem sendo empregada em estudos de dinâmica e composição de diferentes reservatórios da MOS (Tisdall & Oades, 1980, 1982; Elliott, 1986; Baldock et al., 1987; Elliott et al., 1991; Oades & Waters, 1991; Beare & Bruce, 1993; Cambardella & Elliott, 1992, 1993, 1994; Christensen, 1996a, 2000; Feller & Beare, 1997; Six et al., 1998). A separação em COM-primários, por sua vez, é mais difundida em estudos de MOS, sendo um assunto mais debatido na literatura (ver revisões de



**Fig. 6.** Efeito do tempo de sonificação na quantidade de FL-oclusa recuperada em uma suspensão de politungstato de sódio ( $1,6 \text{ g cm}^{-3}$ ).

Fonte: adaptado de Golchin et al. (1994b).

# Método Granulométrico



Christensen, 1992; Feller & Beare, 1997). Esses métodos podem ser facilmente adaptados aos procedimentos de rotina em laboratórios de física do solo e apresentam grande praticidade em sua execução.

## Fracionamento em COM-secundários

O uso de fracionamento do solo em COM-secundários, no estudo de MOS, baseia-se na hipótese hierárquica de formação e estabilização de agregados por compostos orgânicos, descrita por Oades & Waters (1991) e Oades (1993), e formulada em um modelo conceitual por Golchin et al. (1997). Os compostos orgânicos funcionam como agentes ligantes, sendo agrupados em transitórios (principalmente polissacarídeos), temporários (raízes e hifas) e persistentes (polímeros orgânicos fortemente adsorvidos) (Christensen, 2000). As partículas primárias do solo, em um primeiro nível de organização, formariam complexos organo-minerais muito estáveis (COM-primários) com tamanho inferior a 20  $\mu\text{m}$ , sendo estabilizadas por agentes persistentes. Em um segundo nível hierárquico, esses COM-primários estariam unidos por materiais orgânicos humificados ou poderiam aglutina-se em torno de fragmentos de resíduos vegetais, em avançado estágio de decomposição. Formaria, assim, microagregados de tamanho entre 20 e 250  $\mu\text{m}$ , envolvendo agentes persistentes e transitórios. O último nível hierárquico de agregação seria representado por macroagregados, maiores que 250  $\mu\text{m}$ , formados pela união de microagregados. Os macroagregados pequenos (250-2000  $\mu\text{m}$ ) seriam formados em torno de fragmentos de resíduos vegetais ou hifas fúngicas em estágios iniciais de decomposição (agentes temporários), cimentados por produtos metabólicos da decomposição destes resíduos pela microbiota (agentes transitórios). Os macroagregados maiores que 2000  $\mu\text{m}$  seriam formados e estabilizados por forças mecânicas e pela

produção de mucilagens durante o crescimento de raízes e hifas fúngicas (agentes temporários).

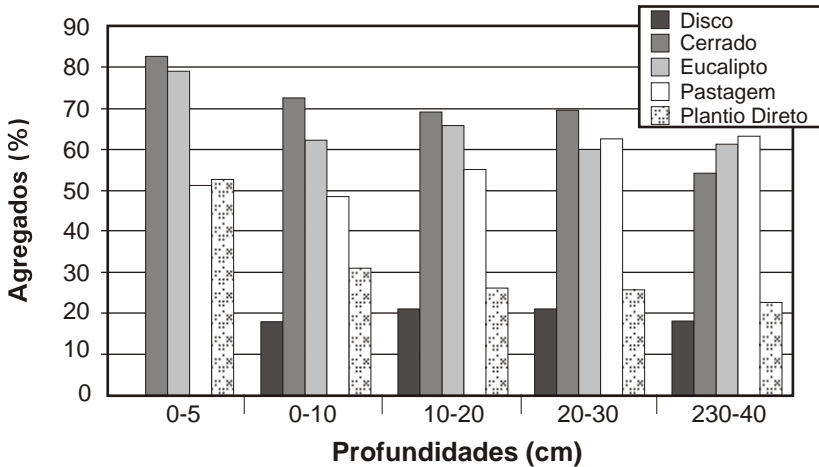
Oades & Waters (1991) demonstraram que esta concepção hierárquica de agregação aplica-se muito bem para solos nos quais a estruturação depende da matéria orgânica do solo, como Alfisols e Mollisols. Entretanto, os autores observaram que os macroagregados presentes em um Oxisol estudado eram extremamente estáveis e, quando finalmente dispersos por energia ultrasônica, rompiam-se em COM-primários e partículas primárias com tamanho inferior a 20  $\mu\text{m}$ . Os autores concluíram que para solos nos quais outros agentes agregantes estão presentes, como oxi-hidróxidos de Fe e Al, o modelo hierárquico não se aplica apropriadamente (Oades & Walters, 1991).

Os solos oxídicos, ricos em oxi-hidróxidos de Fe e Al (principalmente gibbsita, goethita e hematita), geralmente apresentam uma típica estrutura forte granular muito pequena (Oliveira et al., 1992). O modelo mais aceito de formação e estabilização de tais estruturas foi proposto por Resende (1985). Os oxi-hidróxidos de Fe e Al seriam os principais responsáveis pela desorganização das partículas de argila em escala microscópica, impedindo a orientação face-a-face dos cristais de caulinita (Resende et al., 1997). Segundo os autores, a MOS teria um papel secundário em comparação aos oxi-hidróxidos. Esta desorientação impediria a formação de plasma denso, favorecendo o surgimento da estrutura granular típica, após repetidos ciclos de umedecimento e secagem (Resende et al., 1997). Evidências confirmando tal hipótese foram obtidas por Ferreira et al. (1999), ao demonstrarem que a estrutura de Latossolos da Região Sudeste do Brasil estava intimamente relacionada com a mineralogia da fração argila. Enquanto solos dominados por caulinitas apresentaram estrutura em blocos, os gibbsíticos apresentaram estrutura granular. Segundo o modelo de agregação proposto pelos autores, a MOS seria um agente agregante secundário em relação à gibbsita em solos ricos neste mineral, sendo mais importante para solos cauliniticos. Alternativamente, Trapnell & Webster (1986) sugeriram que esta mesma estrutura granular (variando de 0,03 a 1,00 mm), observada para solos argilosos da África tropical, seria de origem biogênica (principalmente cupins). Jungerius et al. (1999), estudando a influência de cupins na formação da estrutura granular de um Ferrasol argiloso no Quênia, demonstraram que estes animais eram responsáveis pela confecção no sub-solo e transporte para a superfície de microagregados esféricos, muito estáveis e com diâmetro médio de 0,6 mm. Embora não seja conflitante com a primeira (os dois



processos poderiam ocorrer simultaneamente), esta segunda hipótese ainda necessita maiores investigações. O importante é que tais estruturas, independente do seu processo de formação, predominam em solos oxidicos e são geralmente muito estáveis.

Em muitos Latossolos, esta estrutura granular típica está, pelo menos nas camadas superficiais, servindo de unidade básica para a formação de macroagregados maiores, geralmente estruturas em blocos (Oliveira et al., 1992). Resck et al. (1999) sintetizaram os resultados obtidos por Guedes et al., citado por Resck et al. (1999), mostrando que uma considerável proporção dos agregados estáveis em água foram recuperados na fração de 2 a 8 mm, em um Latossolo Vermelho distrófico argiloso sob diferentes sistemas de manejo (Fig. 7). Observa-se que até 80% da massa do solo pode estar nessa classe de agregados e que mudanças substanciais podem ocorrer com o cultivo, até a profundidade de 40 cm. Neufeldt et al. (1999), trabalhando em solos superficiais (0-12 cm) da região do Cerrado, sob diferentes sistemas de uso, obtiveram entre 28%-46% e 22%-34% de macroagregados maiores que 1 mm, respectivamente para um Latossolo Vermelho Amarelo muito argiloso e um Latossolo Vermelho Amarelo textura média. Nesse estudo, as quantidades de macroagregados ( $>250 \mu\text{m}$ ) foram explicadas, em regressão linear múltipla ( $R^2$  de 0,88), pelo teor total de polissacarídeos (90% do  $R^2$ ) e de fração leve (10%), para o solo de textura média (ambos afetando positivamente). Para o solo argiloso, a quantidade de macroagregados foi explicada ( $R^2$  de 0,93) pelo teor de polissacarídeos (50% do  $R^2$ ), que correlacionou-se positivamente com aquele parâmetros, e pelo teor de Ca (50%), que afetou negativamente a agregação acima de  $250 \mu\text{m}$ . Castro-Filho et al. (1998) observaram que, após 14 anos de cultivo em um Latossolo Vermelho distroférico, o teor de MOS e a quantidade de agregados maiores que 2 mm na camada de 0-10 cm eram significativamente maiores sob plantio direto, comparativamente ao convencional (Tabela 4). Os autores concluíram que a elevação nos teores de MOS seriam responsáveis pelo aumento na quantidade de agregados nessa classe. Roscoe et al. (2002), trabalhando com um Latossolo Vermelho distroférico de Dourados, MS, demonstraram que o diâmetro médio ponderado (DMP) variou entre 4,9 e 7,7 cm, sob diferentes sistemas de uso da terra: mata nativa, plantio direto, convencional, integração lavoura/pecuária e pastagem contínua. Setenta e cinco por cento da variação dos valores de DMP foram explicados pelo teor



**Fig. 7.** Percentagem de agregados > 2 mm em diferentes profundidades e sistemas de manejo, para um Latossolo Vermelho distrófico ( $530 \text{ g kg}^{-1}$  de argila) do Bioma Cerrado.

Fonte: baseado na Fig. 11 de Resck et al. (1999).

de matéria orgânica do solo (37% da variação), argila (16%), silte (10%) e C na biomassa microbiana (12%). Os autores concluíram que não somente a quantidade de C presente no solo, mas também a atividade da microbiota, estariam controlando o processo de agregação.

Os estudos relacionados anteriormente sugerem que, ao contrário do que fora proposto por Oades & Waters (1991), provavelmente exista um segundo nível hierárquico de agregação também para Oxisols, estabilizado pela MOS. Entretanto, o limite entre macro e microagregados deveria ser outro, certamente superior aos  $250 \mu\text{m}$ . As estruturas granulares (plasma aglutinado), visualizadas nas micrografias de Ferreira et al. (1999), apresentam tamanho inferior a  $1000 \mu\text{m}$ , assim como as estruturas biogênicas observadas por Jungerius et al. (1999), sugerindo que este poderia ser um limite plausível para esses solos. Portanto, independentemente da origem, a estrutura granular dos solos oxídicos parece constituir um nível hierárquico básico de agregação, podendo ser agrupada em estruturas menos estáveis em classes maiores de agregados, onde a MOS seria o mais importante agente de estabilização. Isto teria fortes implicações na definição dos limites de tamanhos de agregados a serem analisados em estudos de MOS.

A quantidade de carbono orgânico em agregados de diferentes tamanhos, assim como sua composição, varia muito de acordo com os métodos utilizados, sendo que tendências gerais são difíceis de serem estabelecidas (Feller & Beare, 1997). Dois aspectos básicos contribuem para as discrepâncias: a presença de partículas primárias de areia nas frações superiores a 50  $\mu\text{m}$  e a ocorrência de matéria orgânica não complexada,

**Tabela 4.** Distribuição de agregados em diferentes classes de tamanho para duas profundidades em função do sistema de cultivo.

Tratamento	Classe de tamanho de agregados (mm)				
	> 2	2-1	1-0,5	0,5-0,25	< 0,25
-----Peso dos agregados (g) -----					
<b>0-10 cm</b>					
Plantio Direto	10,30b *	11,96b	23,63a	18,97a	25,00a
Convencional	24,11a	14,70a	20,81a	13,67a	15,49b
<b>10-20 cm</b>					
Plantio Direto	12,02b	12,83b	23,77a	19,05a	20,61a
Convencional	17,20a	17,18a	24,52a	15,66b	15,43b

Médias seguidas de mesma letra nas colunas e dentro de uma mesma profundidade não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Fonte: adaptado de Castro-Filho et al. (1998).

principalmente nos macroagregados. Elliott et al. (1991) propuseram uma correção dos teores de carbono, nitrogênio e componentes específicos da MOS (ex.: carboidratos) em função das quantidades de areia em cada classe de tamanho, sendo os resultados expressos em teores "livres de areia". A presença de MONC nas diferentes classes de agregados pode, também, complicar a interpretação dos resultados, sendo recomendada uma separação dessas frações para que se possa comparar as frações pesadas com o resultado expresso em teores "livres de MONC" (Elliott et al., 1991; Feller & Beare, 1997). Mesmo fazendo a correção para ambos os aspectos mencionados, resultados discrepantes são observados na literatura. Enquanto Elliott et al. (1991) não observaram diferenças no conteúdo de C orgânico em Ultisols tropicais cultivados, Beare et al. (1994) relataram, para Ultisols sub-tropicais cultivados, acúmulo diferenciado de C orgânico entre as diferentes classes de agregados, com um pico nos microagregados com tamanho entre 106-250  $\mu\text{m}$ . Estes resultados sugerem a inexistência de uma

distribuição sistemática de carbono entre as diferentes classes de agregados.

## **Aspectos metodológicos**

A separação de agregados por classes de tamanho e seus problemas metodológicos encontram-se discutidos na literatura (Yoder, 1936; Kemper, 1965; Kemper & Chepil, 1965; Beare & Bruce, 1993). A combinação do fracionamento em COM-secundários com a análise detalhada da composição da MOS nessas frações tem contribuído bastante para um melhor entendimento dos processos de agregação. Exemplos de análises comumente usadas nas diferentes classe de tamanho são o conteúdo de polisacarídeos, podendo ser dividido em celulósicos e não-celulósicos (Tisdall & Oades, 1980, 1982; Baldock et al, 1987; Haynes & Swift, 1990; Piccolo & Mbagwu, 1990; Oades & Waters, 1991; Lehman et al., 2001), e o de lignina, sendo possível a avaliação de seu estado de oxidação (Lehmann et al., 2001).

As possibilidades mais promissoras para a compreensão da relação entre MOS e agregação, no entanto, vêm da combinação da separação dos COM-secundários com um fracionamento em COM-primários ou um fracionamento densimétrico de cada classe de COM-secundário (Christensen, 1986; Six et al., 1998). Um exemplo de esquema de fracionamento combinado foi descrito por Six et al. (1998) (Fig. 8). Utilizando-se tais fracionamentos combinados, pode-se separar MOS com diferentes naturezas (composição, função e dinâmica), possibilitando uma melhor caracterização dos diferentes agregados presentes no solo. Tais estudos têm sido extremamente relevantes para o entendimento das relações entre MOS e os processos de formação e estabilização de agregados (Oades, 1984; Oades & Waters, 1991; Kay, 1997; Jastrow & Miller, 1997; Gale et al., 2000a), assim como na elucidação do efeito protetor dos agregados contra a decomposição da MOS (Gregorich et al., 1995; Golchin et al., 1997; Angers & Chenu, 1997; Gale et al., 2000b).

## **Fracionamento em COM-primários**

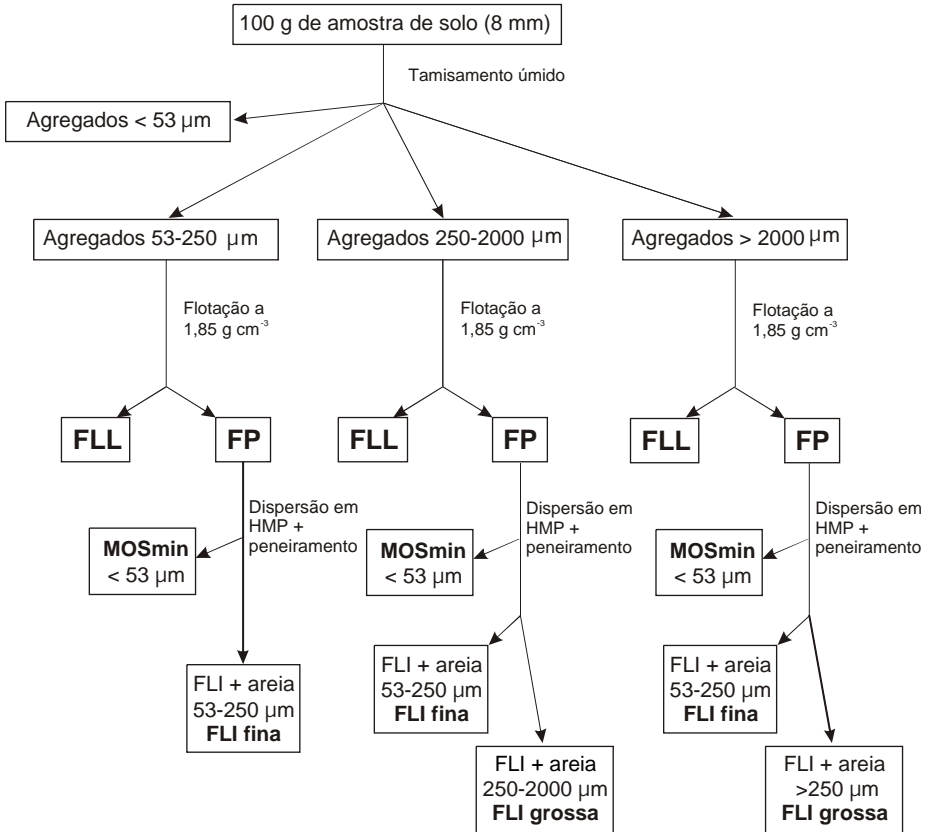
O fracionamento do solo em COM-primários baseia-se na hipótese de que, devido a diferenças na composição mineralógica, as partículas em cada classe textural do solo associam-se de forma distinta com a MOS

(Christensen, 1992). Postula-se que os materiais orgânicos em cada uma dessas classes diferem em composição, função e dinâmica (Christensen, 1992). Neste tipo de fracionamento, a MONC é recuperada juntamente com os COM-primários nas diferentes classes texturais. Portanto, não é possível fazer a separação entre a MONC-livre e oclusa (Fig. 1).

Devido à reduzida superfície específica e densidade de carga superficial das areias (Christensen et al., 1989), esta fração apresenta pouco ou nenhum material orgânico fortemente ligado, sendo pobre em complexos organominerais (Baldock et al., 1992; Christensen, 1992, 1996a). Ao mesmo tempo, a maior parte da MONC concentra-se na classe de tamanho das areias (20 a 2000  $\mu\text{m}$ ), sendo relativamente baixas as quantidades de MONC nas frações silte e argila (Baldock et al., 1992). Portanto, o material orgânico recuperado na fração areia, também chamada de matéria macrorgânica (Gregorich & Ellert, 1993) ou matéria orgânica particulada (Six et al., 1999a, 2000a, b), constitui-se basicamente de MONC-livre (Fig. 1) e corresponde, a grosso modo, à FL-livre obtida pelo fracionamento densimétrico.

A matéria orgânica não complexada pode ser encontrada também nas frações menores (silte e argila). Alguns autores têm demonstrado que existem diferenças na composição e disponibilidade da MONC presente nestas diferentes classes texturais (Baldock et al., 1992; Gregorich et al., 1995; Balesdent et al., 1998; Yakovchenko et al., 1998). As frações silte e argila são, no entanto, amplamente dominadas por COM (Christensen, 1992; Feller & Beare, 1997).

A separação das frações é realizada por peneiramento e por sedimentação, podendo ser usada também centrifugação. As classes de tamanho são definidas de acordo com os limites das classes texturais propostos pelo Ministério da Agricultura dos EUA (USDA) ou pela União Internacional de Ciência do Solo (IUSS). As argilas são as partículas inferiores a 2  $\mu\text{m}$  em ambos os sistemas de classificação. A fração silte constitui-se de partículas entre 2 e 20  $\mu\text{m}$  para a IUSS e entre 2 e 50  $\mu\text{m}$  para a USDA. As areias são consideradas as partículas maiores que 20  $\mu\text{m}$  (IUSS) e que 50  $\mu\text{m}$  (USDA). Esta diferenciação entre os sistemas dificulta sobremaneira a comparação entre estudos, principalmente no que diz respeito à fração silte (Christensen, 1996a). Recomenda-se, portanto, uma detalhada descrição dos procedimentos de separação das frações e das classes de tamanho consideradas.



**Fig. 8.** Sequência de fracionamento físico do solo. Pelo fracionamento obtêm-se as frações: MOSmin - matéria orgânica em COM < 53  $\mu\text{m}$ ; FLL - fração leve livre; FLI fina - fração leve livre intra-agregados no tamanho 53-250  $\mu\text{m}$ ; FLI grossa - fração leve intra-agregados > 250  $\mu\text{m}$ .

Fonte: Six et al. (1998).

## Composição e dinâmica dos COM-primários

Como dito anteriormente, a fração areia (50 a 2000  $\mu\text{m}$  USDA; ou 20 a 2000  $\mu\text{m}$  IUSS) é constituída basicamente de MONC ou fração leve livre (ver "Métodos Densimétricos"). Adotaremos o termo "matéria macrororgânica" (MMO) de acordo com terminologia de Gregorich & Ellert (1993) para designar a MOS presente na fração areia, pois a denominação "matéria

orgânica particulada" (MOP) comumente utilizada na literatura (ex.: Six et al., 1999a, 2000a, b) muitas vezes se refere a FL- livre, separada por densimetria.

A matéria macrororgânica tem uma constituição muito próxima à FL-livre. Essa fração é dominada por resíduos orgânicos em estágios iniciais de decomposição, sendo possível a identificação de fragmentos de material vegetal, hifas fúngicas, e exoesqueletos da fauna (Christensen, 2000). Em solos de clima temperado, a MMO pode armazenar entre 10%-25% do carbono orgânico total do solo (Tabela 5). Nos trópicos, esses valores tendem a ser menores, embora variem entre limites similares: 2%-25% (Tabela 5). As frações silte e argila contêm a maior parte do carbono orgânico dos solos (Tabela 5), sendo um material mais transformado e amorfo, sem estruturas reconhecíveis de matérias vegetais ou da meso e microfauna.

A MMO apresenta os maiores valores de relação C:N entre as demais frações, sendo intermediários os valores para a fração silte e mais reduzidos os da fração argila (Tabela 5). Esta redução sugere um contínuo no grau de decomposição da MOS, variando de materiais menos transformados na MMO a compostos mais humificados na fração argila. Tal fenômeno foi confirmado pelas análises dos produtos de oxidação de lignina (Tabela 6), dos teores e composição de carboidratos hidrolisáveis (Tabela 7), além de estudos conduzidos em  $^{13}\text{C}$  CPMAS RMN (Baldock et al., 1992) e pirólise (Schulten & Leinweber, 2000).

A soma dos monômeros vanilil, siringil e cinamil (VSC), liberados após a oxidação alcalina com CuO, representa uma estimativa do conteúdo de lignina em uma determinada fração (Hedges & Ertel, 1982). A lignina é tida como um composto de estabilidade intermediária (Baldock et al., 1992), sendo a sua abundância indicativo de um grau de decomposição relativamente baixo. Na Tabela 6, observa-se que os valores de VSC reduzem com a diminuição no tamanho de partícula, independentemente do tipo de solo, vegetação ou clima. Ao mesmo tempo, o estudo da relação entre as formas ácido e aldeído de unidades vanilil (ac/al)<sub>v</sub>, possibilitam uma estimativa do grau de oxidação das unidades estruturais da lignina (Ertel & Hedges, 1984). Esta relação, ao contrário, tende a aumentar da MMO para as demais frações granulométricas, sugerindo um maior grau de oxidação

**Tabela 5.** Conteúdo de carbono ( $\text{g kg}^{-1}$  de solo), relação C:N e percentagem de C nas frações granulométricas em relação ao C total (%), para diferentes solos.

Solo	Tamanho Fração (mm)	Teor de C orgânico ( $\text{mg g}^{-1}$ )	Relação C/N	C total (%)
A solos de clima temperado dominados por argilas de alta atividade	20-2000	-	-	< 10
	2-20	-	-	20-40
	0-2	-	-	50-70
B solos de clima temperado dominados por argilas de alta atividade	20-2000	-	-	10-30
	2-20	-	-	20-40
	0-2	-	-	35-70
C solos tropicais argilosos, ferralíticos fortemente lixiviados e ácidos (LE)	20-2000	16-44	23-30	15-21
	2-20	48-84	13-14	17-31
	0-2	17-26	10-11	45-56
D solos tropicais argilosos, ferralíticos jovens, de origem vulcânica, fracamente lixiviados, ácidos a neutros	20-2000	13-56	19-32	8-17
	2-20	14-42	13-17	11-33
	0-2	16-35	8-11	52-67
D solos tropicais argilosos, ferralíticos fortemente lixiviados e ácidos (LE)	20-2000	5-15	15-25	10-23
	2-20	30-63	10-15	22-28
	0-2	15-36	8-12	54-70
E solos tropicais argilosos, ferralíticos fortemente lixiviados (LE)	20-2000	5-10	14-17	14-25
	2-20	33-61	15-28	22-47
	0-2	24-29	12-15	45-56
F solos tropicais argilosos (Oxisols) de baixa fertilidade e ácidos	20-2000	2-3	23-27	2-4
	2-20	26-37	20-23	39-45
	0-2	39-43	13-15	51-59
G solos tropicais com textura média (Chromic luvisols), região semi-árida	250-2000	0,4-1,6	16-23	3-9
	20-250	1,1-2,5	13-17	8-17
	2-20	2,4-7,3	10-12	30-39
	0-2	2,5-8,2	7-9	40-57

A - Christensen (2000);

B - Feller & Beare (1997);

C - Kouakoua (1997), dados sumarizados por Freitas et al. (2000);

D - Feller (1995), dados sumarizados por Freitas et al. (2000);

E - Freitas et al. (2000);

F - Guggenberger et al. (1995);

G - Solomon et al. (2000).



das ligninas com a redução no tamanho de partículas (Guggenberger et al., 1995; Guggenberger & Zech, 1999; Glaser et al., 2000; Solomon et al., 2000). Portanto, os teores totais de lignina tendem a reduzir e as suas estruturas a serem mais oxidadas na ordem MMO > silte > argila, concordando com os dados de relação C:N (Tabela 5).

Evidências de um menor grau de decomposição da MMO são obtidas, também, pela análise de seus carboidratos hidrolisáveis (Tabela 7). Vale ressaltar que carboidratos cristalinos (celulose) não são hidrolisáveis pelo ácido trifluoracético (ATF) usado nas análises, sendo hidrolisados somente

**Tabela 6.** Conteúdos de produtos da oxidação de lignina (soma dos monômeros vanilil, siringil e cianamil - VSC) em diferentes frações granulométricas, para diferentes solos, climas e vegetações.

Clima	Solo	Vegetação/ uso	Argila	C Total	VSC				
					Areia grossa	Areia fina	Silte	Argila	
-----g kg <sup>-1</sup> solo-----					-----g kg <sup>-1</sup> C total-----				
I	Temper. -4.1 °C 743 mm	Boroll	Flor. Con.	155	130	19	25	14	7
			Pastagem	199	88	32	16	7	3
II	Tropical 26 °C 2200 mm	Oxisol	Savana	394	23	25	6	3	
			Pastagem	408	27	48	19	7	
			Past. Cons.	406	26	40	14	5	
III	Tropical 26 °C 3600 mm	Typic Humi- tropepts	Fl. Prim.	665	72	52	14	6	
			Pastagem	645	58	54	19	8	
			Fl. Sec. 3	658	71	44	17	8	
			Fl. Sec. 12	610	75	53	19	6	
			Fl. Sec. 18	619	81	45	16	5	
IV	Tropical 20 °C 550 mm	Chromic luvisols	Mata	295	19	34	26	15	7
			Mata Man.	180	14	34	24	11	5
			Cult. 3	251	8	22	16	10	5
			Cult. 15	251	8	23	16	9	4
			Org. 20	183	19	16	21	9	6

I Glaser et al. (2000);

II Guggenberger et al. (1995); Past. Cons. - pastagem consorciada, gramínea + leguminosa;

III Guggenberger & Zech (1999); Fl. Prim. floresta primária; Fl. Sec. 3, 12 e 18 floresta secundária com 3, 12 e 18 anos de regeneração, respectivamente;

IV Solomon et al. (2000); Mata man. mata manejada para a exploração de carvão; Cult. 3 e 15 cultivo de feijão e milho por 3 e 15 anos, respectivamente; Org. 20 cultivo das mesmas culturas com aplicações periódicas de adubo orgânico.

**Tabela 7.** Conteúdos de carboidratos hidrolisáveis e relação entre hexoses (galactose e manose) e pentoses (arabinose e xilose), para diferentes frações granulométricas.

Vegetação/ uso	Conteúdo de carboidratos				(galactose+manose)/(arabinose+xilose)				
	Areia grossa	Areia fina	Silte	Argila	Areia grossa	Areia fina	Silte	Argila	
-----/g kg <sup>-1</sup> C total-----									
I	Flor. Con.	149	114	84	52	1,0	1,5	1,9	2,2
	Pastagem	86	67	54	42	1,7	1,2	1,5	1,5
II	Savana	124		103	215	0.39		1.27	2.13
	Pastagem	171		115	210	0.26		0.80	1.90
	Past. Cons.	237		110	212	0.28		0.94	2.38
III	Fl. Prim.	187		153	184	0.73		0.99	2.09
	Pastagem	197		159	204	0.77		0.97	1.41
	Fl. Sec. 3	179		121	167	0.68		1.11	1.69
	Fl. Sec. 12	165		122	169	0.77		1.12	1.52
	Fl. Sec. 18	177		138	159	0.67		1.09	1.47
IV	Mata	84	91	79	131	0.58	0.70	1.54	1.63
	Mata Man.	85	92	69	109	0.31	0.45	1.55	1.76
	Cult. 3	101	100	97	172	0.24	0.15	0.84	1.14
	Cult. 15	101	99	78	183	0.18	0.39	1.02	1.50
	Org. 20	79	82	31	88	0.29	0.65	1.13	1.63

^ Ver Tabela 5 para referências.

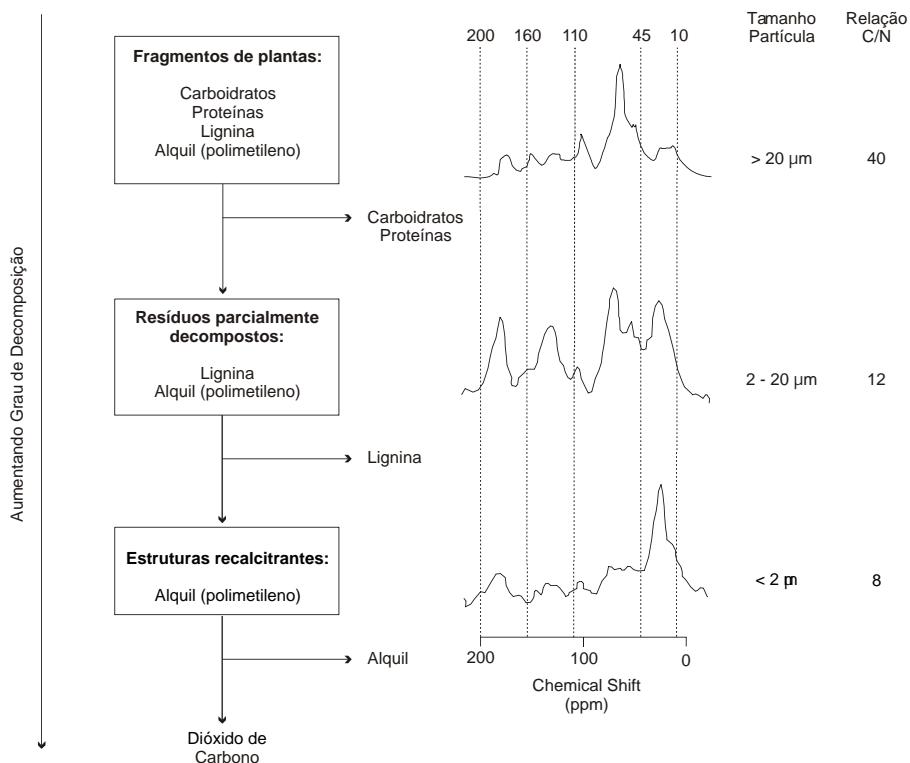
hemicelulose e material microbiano (Guggenberger et al., 1995). Os monômeros liberados pela hidrólise de matérias derivados de plantas são caracterizados por elevados conteúdos das pentoses arabinose e xilose, enquanto a microbiota sintetiza polissacarídeos dominados pelas hexoses galactose e manose (Guggenberger et al., 1995). Portanto a relação (galactose + manose)/(arabinose + xilose) é comumente usada como um índice para identificar a origem dos carboidratos hidrolisáveis. Valores mais elevados indicam materiais de origem microbiana. Na Tabela 7, são sumarizados os resultados da distribuição de carboidratos hidrolisáveis em diferentes frações granulométricas obtidos em quatro estudos, cobrindo diferentes tipos de solo, clima e vegetação. O conteúdo de carboidratos hidrolisáveis tende a apresentar uma distribuição bimodal com valores mais elevados para a MMO, decrescendo para o silte e crescendo novamente na fração argila. Entretanto, solos ricos em MMO e com baixa atividade microbiana podem apresentar um acúmulo mais acentuado nesta fração

(referência I - Tabela 7). Por outro lado, solos sob cultivo intenso podem apresentar uma tendência contrária, aumentando os teores de carboidratos hidrolisáveis com a diminuição do tamanho de partícula. Christensen (2000) demonstrou que, para uma série de solos dinamarqueses cultivados por longos períodos, os valores aumentavam na ordem fração areia ( $37 \text{ g kg}^{-1}$ ) < silte ( $68 \text{ g kg}^{-1}$ ) < argila ( $92 \text{ g kg}^{-1}$ ). Tal fenômeno está relacionado com a perda de MMO com o cultivo (Christensen, 2000). A origem dos carboidratos hidrolisáveis, no entanto, apresenta um mesmo padrão de comportamento independentemente do tipo de solo, vegetação ou clima (Tabela 7). Conforme sugerido por crescente relação (galactose + manose)/(arabinose + xilose), os carboidratos hidrolisáveis de origem microbiana tendem a se acumular em frações mais finas. Por estes resultados conclui-se que os conteúdos de carboidratos hidrolisáveis exibem valores mais elevados na MMO, sendo predominantemente de origem vegetal. Por outro lado, um notável acúmulo também ocorre na fração argila, porém de materiais de origem microbiana. A fração silte ocupa uma posição intermediária. Essas observações estão de acordo com os resultados observados para relação C:N (Tabela 5) e monômeros de lignina (Tabela 6), sugerindo maior grau de transformação e origem microbiana para o material orgânico presente nas frações mais finas.

A composição química da matéria orgânica presente nas diversas frações granulométricas vem sendo amplamente estudada por CPMAS  $^{13}\text{C}$  RMN (Baldock et al., 1992; Greggorich et al., 1995; Randall et al., 1995; Schulten & Leinweber, 2000). Em geral, com a redução no tamanho de partícula, observa-se um decréscimo na intensidade dos sinais atribuídos a grupamentos O-alquil enquanto há um aumento nos sinais atribuídos a aromáticos e, sobretudo, grupamentos alquil (Schulten & Leinweber, 2000). O sinal atribuído a grupos carboxil, geralmente, não apresenta um padrão consistente em relação ao tamanho de partícula (Schulten & Leinweber, 2000). Baldock et al. (1992), baseado em dados de CPMAS  $^{13}\text{C}$  RMN das frações areia, silte e argila, propuseram um modelo conceitual descrevendo o processo de decomposição dos resíduos vegetais no solo (Fig. 9). De acordo com tal modelo, o grau de decomposição dos resíduos orgânicos seguiria um *continuum* da fração MMO ( $> 20 \mu\text{m}$ ) composta por materiais pouco degradados, passando por compostos com degradação intermediária (2-20  $\mu\text{m}$ ), culminando em uma fração com avançado grau de decomposição ( $< 2 \mu\text{m}$ ). Nos primeiros estádios de decomposição seriam degradados sobretudo carboidratos (celulose e hemicelulose) e proteínas. Esta mineralização seria responsável pelo decréscimo relativo na intensidade dos sinais tribuídos a O-

a l q u i l  
(45-110 ppm). A síntese de carboidratos e proteínas pela microbiota garantiria a manutenção de sinais O-alquil, porém em níveis bem inferiores. Com a redução na intensidade destes grupamentos haveria um aumento relativo dos sinais atribuídos a grupos aromáticos (110-160 ppm) e alquil (10-45 ppm), em razão da preservação relativa de lignina e polimetilenos, respectivamente. Com a redução dos carboidratos (celulose e hemicelulose) as moléculas de lignina ficariam expostas ao ataque microbiano, iniciando-se um segundo estágio de decomposição. Nesta fase, a lignina seria decomposta, acumulando-se materiais mais resistentes, dominadas por polimetileno (ex.: cutina, suberina). Os autores ressaltam que esse acúmulo de grupamento alquil na fração argila seria produto não apenas da preservação relativa destes compostos, mas também da formação de polimetilenos pela microbiota (Baldock et al., 1989, 1990a, b).

O modelo de Baldock e colaboradores (Fig. 9) está de acordo com as características das diferentes frações apresentadas nas Tabelas 5, 6 e 7. Estas diferenças em composição nas frações granulométricas sugerem que tais frações teriam, potencialmente, grandes diferenças em sua dinâmica. De fato, similar ao que ocorre com as frações densimétricas, onde as frações leves ciclam mais rapidamente que as pesadas, as frações areia (MMO) também possuem uma dinâmica mais rápida que as frações silte e argila. Feller & Beare (1997) gruparam os resultados de vários estudos de mineralização de carbono e nitrogênio em diferentes frações granulométricas de solos tropicais. Segundo os autores, o potencial de mineralização de C em geral decresce da fração areia para as frações silte e argila, não havendo diferença entre as últimas. Os mesmos autores, analisando os resultados de diferentes trabalhos baseados na abundância natural do isótopo  $^{13}\text{C}$  após mudança na vegetação, observaram que o tempo necessário para que metade do C total fosse substituído por C da nova vegetação foi em média de 12, 16 e 22 anos para solos tropicais e 25, 45 e 60 anos para solos temperados, nas frações areia, silte e argila, respectivamente. Balesdent (1996) observou para uma cronoseqüência de solos franceses cultivados, valores de 0,5, 3, 18 e 63 anos para as frações > 2000  $\mu\text{m}$ , 200-2.000  $\mu\text{m}$ , 50-200  $\mu\text{m}$  e 0-50  $\mu\text{m}$  (Fig. 10). Estes resultados ilustram a significativa diferença na dinâmica das frações granulométricas, sugerindo que estas frações poderiam ser incorporadas como reservatórios mensuráveis em modelos de dinâmica da matéria orgânica dos solo.



**Fig. 9.** Modelo conceitual descrevendo o processo de decomposição dos resíduos vegetais no solo, considerando os compartimentos areia, silte e argila (para maiores detalhes ver texto).

Fonte: Baldock et al. (1992).

## Aspectos metodológicos

O fracionamento em COM-primários, envolve dois processos distintos: dispersão e separação das frações. Em um primeiro momento, os COM-secundários devem ser completamente dispersados em COM-primários, sendo, posteriormente, separados nas diferentes classes de tamanho (Christensen, 1992). Esta dispersão pode ser realizada por agitação mecânica na presença de agentes dispersantes (Balesdent et al., 1991; Feller et al., 1991; Christensen, 1992; Gale et al., 2000a, b) e energia ultrasônica (Morra et al., 1991; Baldock et al., 1992; Christensen, 1992; Raine & So, 1993, 1994; Roscoe et al., 2000, 2001).

Um ponto crítico no fracionamento de COM-primários é a definição da quantidade de energia a ser aplicada na dispersão. A quantidade de carbono e nitrogênio recuperado em cada classe de tamanho pode variar significativamente em função do nível de energia utilizado na dispersão (Gregorich et al., 1988; Amelung & Zech, 1999). Roscoe et al. (2000) demonstraram que, para o horizonte  $A_n$  (0-3 cm) de um Latossolo Vermelho distrófico sob cerrado, não somente as concentrações de C e N orgânico modificaram com o aumento da energia aplicada na dispersão do solo, mas também variaram a relação C:N e os valores de  $^{13}\text{C}$  (Fig. 11).

Baseado no trabalho de North (1976), Christensen (1992) propôs que o nível ideal de energia aplicado na dispersão dos solo deveria ser aquele suficiente para romper todos os agregados presentes na fração areia (50- 2000  $\mu\text{m}$ ). De acordo com Sá et al. (1999), o grau de dispersão desta fração pode ser representado por um índice de dispersão (ID), conforme a equação (1):

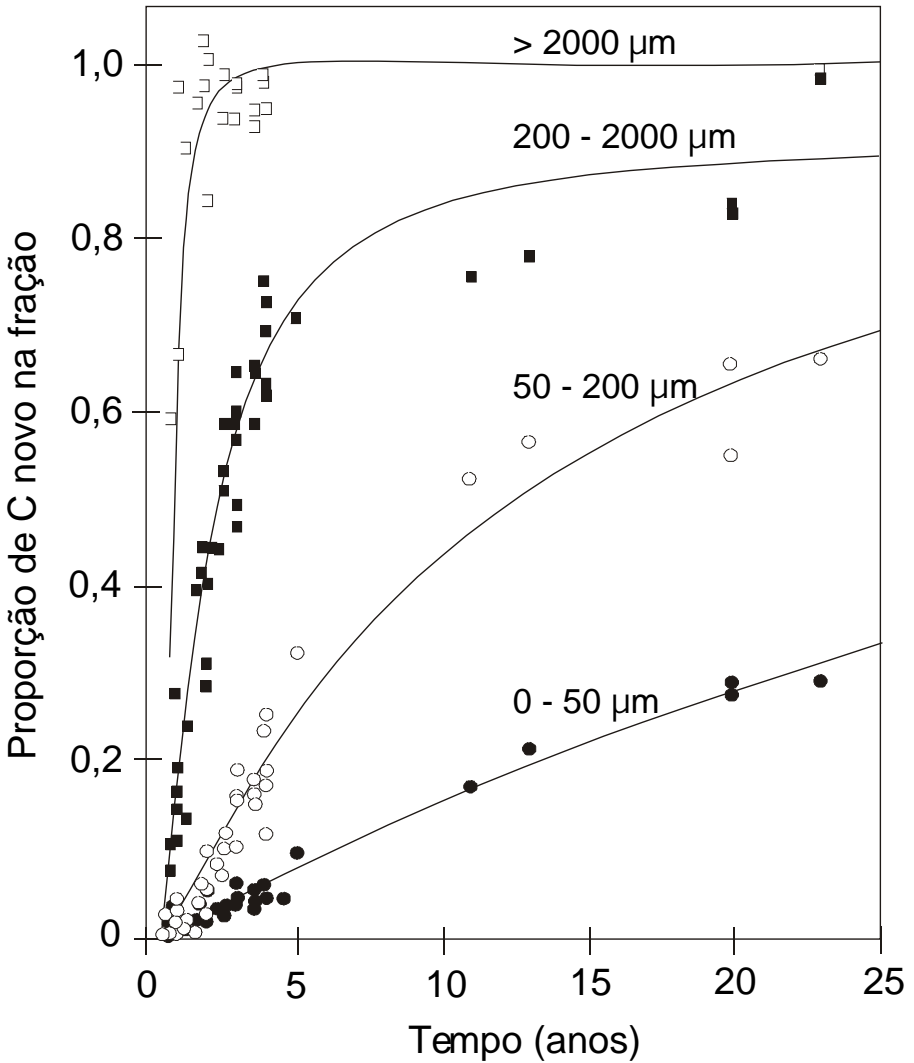
$$ID = (\text{fração} < 50 \mu\text{m}) \times 100 / \text{solo total} \quad (1)$$

A variação do ID em função da energia aplicada gera uma curva de dispersão (North, 1976). Em geral a curva de dispersão tende assintoticamente a um patamar no qual não há mais aumentos no ID com a elevação no nível de energia aplicado. Roscoe et al. (2000), após observarem que a fração areia entre 50 e 100  $\mu\text{m}$  seguiam o padrão de dispersão da fração silte (2-50  $\mu\text{m}$ ) e não o das demais areias (100-250  $\mu\text{m}$  e 250 a 2000  $\mu\text{m}$ ), propuseram a utilização de um índice de dispersão alternativo, no qual usou-se 100  $\mu\text{m}$  como o limite de tamanho para a fração a ser dispersa, conforme equação (2).

$$ID = (\text{fração} < 100 \mu\text{m}) \times 100 / \text{solo total} \quad (2)$$

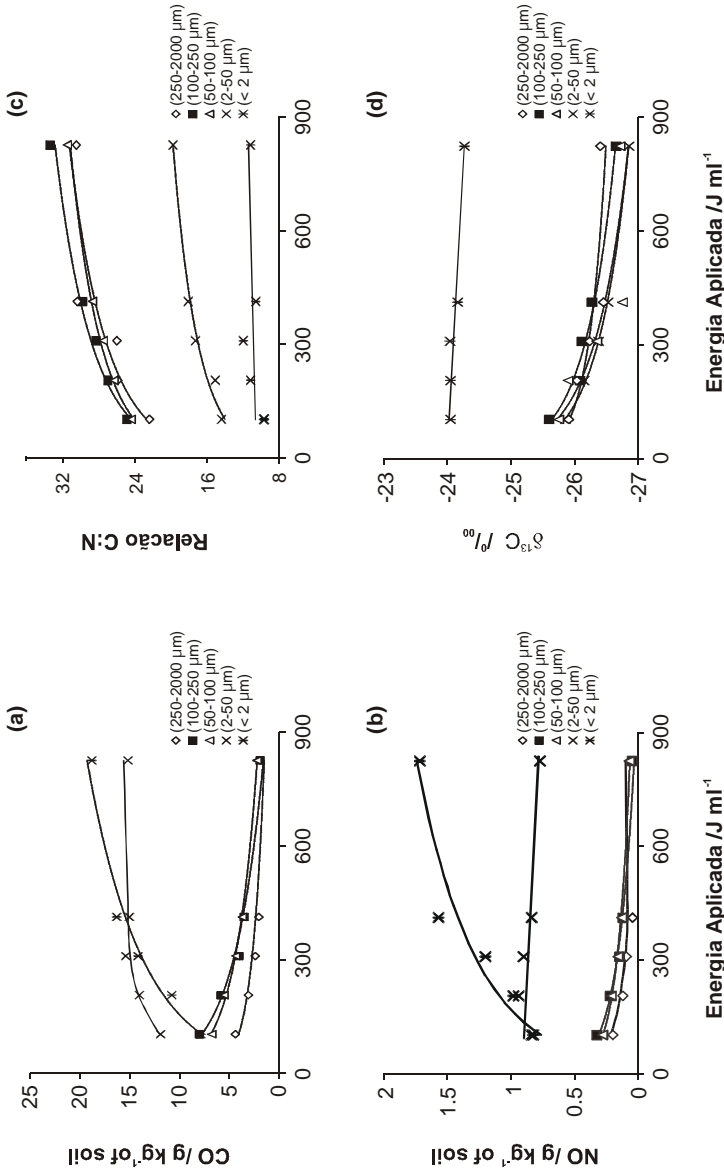
Neste trabalho, os autores observaram que um patamar não pode ser alcançado mesmo após a aplicação de altas quantidade de energia (800  $\text{J ml}^{-1}$ ) para ambos os índices (Fig. 12). Entretanto, os valores do ID chegaram mais próximo de uma estabilização para o limite de 100  $\mu\text{m}$ .

Maior preferência tem sido dada ao uso de energia ultrasônica na dispersão de solo (Christensen, 2000). Inicialmente empregado somente na dispersão de solo para análise textural e separação de argila (Edwards & Bremner,



**Fig. 10.** Aumento na quantidade de carbono originário da nova vegetação (milho) estimado pela abundância natural do  $^{13}\text{C}$ , em diferentes frações granulométricas, para solos franceses cultivados com milho.

Fonte: Balesdent et al. (1996).



**Fig. 11.** Efeito do aumento no nível de energia ultrasonica aplicada (a) no conteúdo de C orgânico e (b) de N orgânico, (c) na relação C:N e (d) nos valores de <sup>13</sup>C de cada fração granulométrica de um Latossolo Vermelho distrófico muito argiloso sob cerrado.

Fonte: Adaptado de Roscoe et al. (2000).



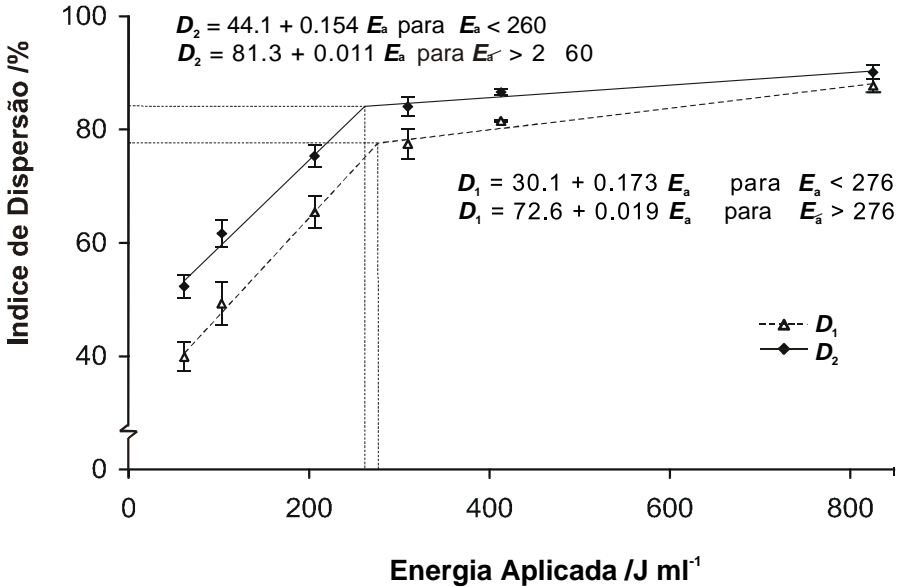
1967a, b), este procedimento vem sendo amplamente utilizado no fracionamento do solo para estudos de MOS (Christensen, 1992; Schmidt et al., 1999). Christensen (1992) ressalta que os aparelhos do tipo sonda são mais eficientes em comparação aos que aplicam energia externamente ao recipiente contendo a solução. A maior vantagem do ultrassom encontra-se na possibilidade de quantificação da energia aplicada (North, 1976). Entretanto, muitos trabalhos ainda fornecem somente as especificações do aparelho e o tempo de sonificação em uma determinada potência nominal (Christensen, 1992; Schmidt et al., 1999). North (1976) demonstrou que a potência nominal dos aparelhos de ultrassom é geralmente maior que as quantidades efetivamente aplicadas. Outros fatores importantes que devem sempre ser minuciosamente descritos são o tipo e o diâmetro da sonda, a sua profundidade de imersão na suspensão, o volume e a forma do recipiente, a quantidade de solo e a relação solo:solução (Hinds & Lowe, 1980; Christensen, 1985; Raine & So, 1993, 1994). Christensen (1992) ressalta ainda que o processo de cavitação que é efetivamente o responsável pela dispersão é reduzido com o aumento da temperatura, acarretando uma diminuição na quantidade de energia aplicada à amostra. O autor recomenda a imersão do recipiente contendo a suspensão em um banho de gelo durante a sonificação, para que a temperatura não exceda 35-40°C. Este efeito pode ser visualizado na Fig. 13, onde percebe-se que a energia aplicada tende a reduzir acima de 40°C.

A calibração do aparelho de ultrassom pode ser realizada pelo método calorimétrico desenvolvido por North (1976). De acordo com Sá et al. (1999) e Roscoe et al. (2001), a potência real aplicada pode ser calculada pela equação (3):

$$P_c = [(m_a c_a + C_{\text{recip}}) T/t_s] + H \quad (3)$$

onde  $P_c$  é a potência calculada (em W),  $m_a$  é a massa de água (g),  $c_a$  é o calor específico da água ( $4,186 \text{ Jg}^{-1}\text{°C}^{-1}$ ),  $C_{\text{recip}}$  é a capacidade térmica do recipiente ( $\text{J}^\circ\text{C}^{-1}$ ),  $T$  é a mudança de temperatura ( $^\circ\text{C}$ ),  $t_s$  é o tempo de sonificação (s) e  $H$  é a taxa de perda de energia do sistema ( $\text{J s}^{-1}$ ). A medição pode ser feita em um calorímetro improvisado com o mesmo tipo de recipiente a ser usado na posterior sonificação da amostra, conforme descrito por Roscoe (2002) (Fig. 14).

A capacidade calorífica do recipiente ( $C_{\text{recip}}$ ), ou a quantidade de energia que

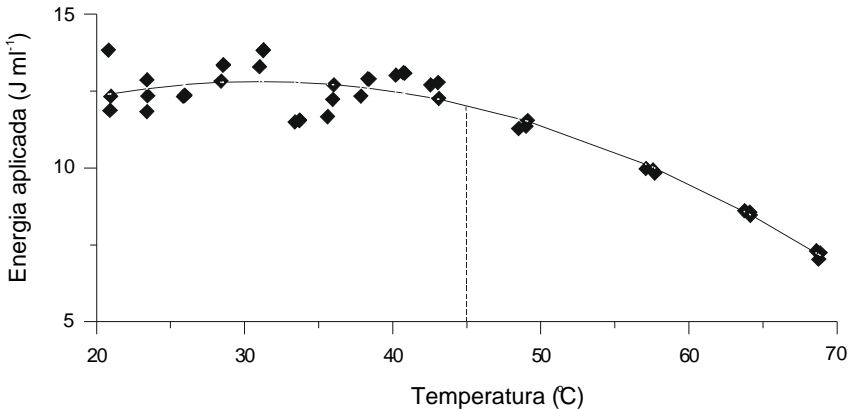


**Fig. 12.** Índice de dispersão em função da energia aplicada.  $D_1$  é o índice de dispersão calculado pela equação (1), considerando as partículas maiores e menores que 50 $\mu$ m.  $D_2$  é o índice de dispersão calculado pela equação (2), sendo o limite de 100  $\mu$ m.

Fonte: adaptado de Roscoe et al. (2000).

este irá absorver durante a sonificação, pode ser acessada pelo método das misturas proposto por Duncan & Starling, citado por Raine & So (1993). Roscoe et al. (2000) utilizaram o "calorímetro" da Fig. 14, onde 50 g de água destilada foram aquecidos a temperatura de 50-60°C, sendo a exata massa de água ( $m_1$ ) e temperatura ( $T_1$ ) devidamente anotadas. A massa de água foi então rapidamente adicionada ao "calorímetro" contendo outros 50 g de água ( $m_2$ ) em temperatura ambiente ( $T_2$ ), sendo a tampa colocada imediatamente (Fig. 14a). A temperatura da água foi monitorada por um termômetro inserido em um orifício na tampa do recipiente (Fig. 14a) até que uma temperatura de equilíbrio ( $T_3$ ) foi atingida. A capacidade térmica do recipiente foi então calculada pela equação (4).

$$C_{\text{recp}} = [m_1 c_a (T_1 - T_2) / (T_3 - T_2)] - (m_2 c_a) \quad (4)$$



**Fig. 13.** Relação entre a energia aplicada ( $\text{J ml}^{-1}$ ) e a temperatura da água. O aparelho usado foi um Vibracell VC100, com uma sonda de 115 mm de comprimento e 3 mm de diâmetro, operando a 20 kHz, ajustado para a posição de 70% da capacidade total. O recipiente usado foi um tubo de centrífuga com capacidade par 200 ml. Usou-se um volume de 100 ml de água e profundidade de imersão da sonda de 15 mm.

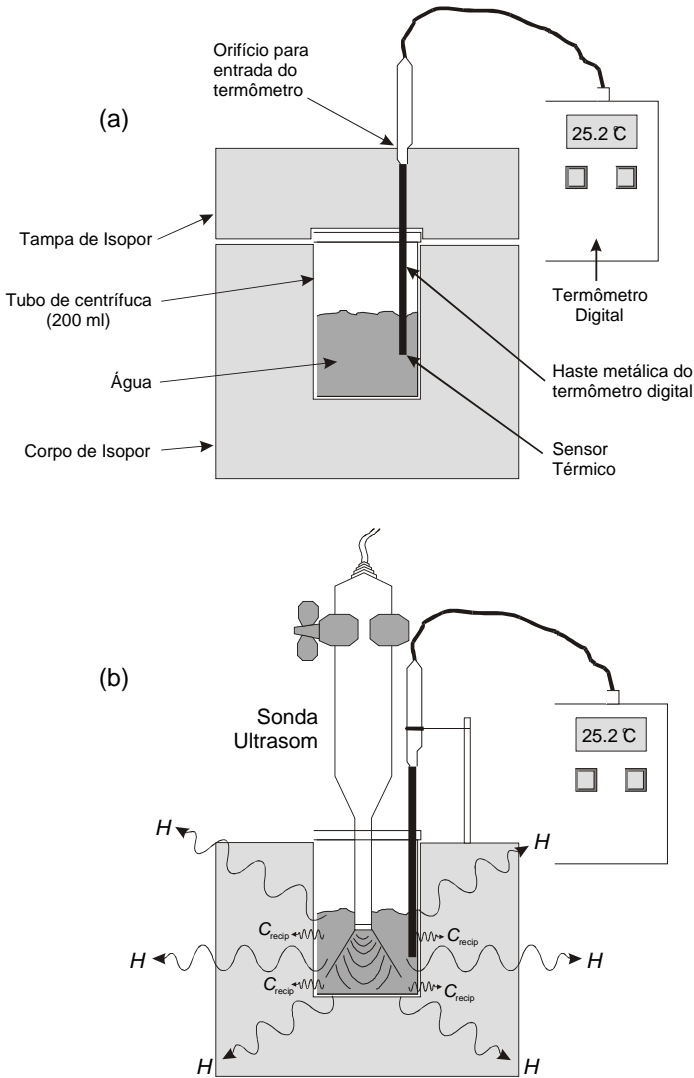
**Fonte:** Roscoe et al., dados não publicados.

A taxa de perda de energia do sistema ( $H$ ) corresponde à quantidade de energia que é perdida do sistema durante a sonificação por dissipação de calor (Fig. 14b). No trabalho de Roscoe et al. (2000),  $H$  pôde ser calculado aquecendo-se 100 g de água no calorímetro com o próprio aparelho de ultrassom até uma temperatura em torno de 50°C. O sistema (Fig. 14b) foi deixado à temperatura ambiente, sendo a temperatura da água medida a cada 10 segundos durante os primeiros 3 minutos, cada 30 segundos até 60 minutos, e a cada 5 minutos até 3 horas.  $H$  (em  $\text{J s}^{-1}$ ) pode assim ser calculado de acordo com a equação (5).

$$H = (m_a c_a) \quad T / t_d \quad (5)$$

onde,  $T$  equivale a uma diferença de temperatura de 1°C e  $t_d$  é o tempo necessário para que essa diferença em 1°C ocorra.

North (1976) observou que  $H$  manteve-se constante para o intervalo de temperatura analisado. Entretanto, Christensen (1985) sugeriu a existência de variação do valor de  $H$  em função da temperatura. Recomenda-se,



**Fig. 14.** Representação esquemática de "calorímetro": (a) corte transversal do "calorímetro" com a tampa, durante o experimento de medição da capacidade térmica do recipiente ( $C_{recip}$ ); e (b), corte transversal do sistema durante a sonificação de água para a cálculo da potência ( $P_c$ ), ressaltando a perda de calor do sistema ( $H$ ) e a absorção de calor pelo recipiente ( $C_{recip}$ ).

Fonte: Roscoe et al. (2000).

portanto, que  $H$  seja calculado para cada intervalo de decréscimo na temperatura de  $1^{\circ}\text{C}$  e plotado em função da temperatura média de cada intervalo (por exemplo, o valor de  $H$  calculado para o intervalo entre  $35$  e  $34^{\circ}\text{C}$  deve ser plotado contra a temperatura de  $34,5^{\circ}\text{C}$ ). Procedendo desta maneira, Sá et al. (1999) observou um decréscimo exponencial de  $H$  em função da temperatura, enquanto Roscoe et al. (2000) observaram uma redução linear. As diferenças entre perda de calor relatada nesses trabalhos está associada com a capacidade isolante do sistema (Roscoe et al., 2000). Desde que o isolamento do calorímetro seja suficiente para uma estimativa reproduzível da relação entre  $H$  e a temperatura, qualquer tipo de recipiente pode ser usado.

Uma vez determinada a potência efetiva do aparelho (equação 3), a energia aplicada pode ser expressa em  $\text{J ml}^{-1}$  de acordo com a equação (6) (Christensen, 1985):

$$E_a = P_c t_s / V \quad (6)$$

onde,  $P_c$  é a potência calculada pela equação (3) em  $\text{W}$ ,  $t_s$  é o tempo de sonificação em  $\text{s}$  e  $V$  é o volume de suspensão em  $\text{ml}$ .

A calibração dos aparelhos de ultrassom deve ser periodicamente repetida, pois, com o uso, a ponta da sonda sofre erosão, reduzindo a potência aplicada pelo aparelho (Christensen, 1992; Amelung & Zech, 1999). Recomenda-se que a relação solo:solução seja mantida entre 1:5 e 1:10 (Hinds & Lowe, 1980; Christensen, 1985).

Geralmente, mantendo-se a relação solo:solução entre 1:5 e 1:10, os níveis de energia para a completa dispersão do solo encontram-se entre  $300\text{-}500 \text{ J ml}^{-1}$  (Gregorich et al., 1988; Amelung & Zech, 1999; Schmidt et al., 1999), embora para solos tropicais dominados por caulinitas e oxi-hidróxidos de  $\text{Fe}$  e  $\text{Al}$  estes valores possam ser maiores (Sá, 1998; Roscoe et al., 2000). Altos níveis de energia ultrasônica, no entanto, podem romper a matéria macrorrgânica (presente na fração areia), redistribuindo-a nas frações mais finas (Balesdent et al., 1991; Amelung & Zech, 1999). Amelung e Zech (1999), por exemplo, observaram que níveis de energia superiores a  $100 \text{ J ml}^{-1}$  (50 ml de água para 10 g de solo) provocaram rompimento de MMO para diferentes solos de pradaria. Estes autores recomendaram a separação da MMO por densimetria após dispersão dos macroagregados com  $60 \text{ J ml}^{-1}$ , antes de aplicarem-se os níveis maiores de energia, necessários à completa dispersão

do solo.

A redistribuição de MMO relacionada ao uso de altos níveis de energia ultrasônica é o maior problema desta metodologia. Entretanto, a flotação em água ou líquidos densos pode minimizar ou até eliminar esta desvatação. Roscoe et al (2000) não observaram evidências de redistribuição da MMO com densidade superior a  $1 \text{ g cm}^{-3}$  ao dispersarem o solo com elevados níveis de energia ( $> 800 \text{ J ml}^{-1}$ ), após separação por flotação em água da MMO de densidade inferior a esse limite. Por outro lado, a possibilidade de quantificação da energia aplicada e a elevada eficiência em dispersar solos tropicais dominados por argilas de baixa atividade são duas vantagens marcantes da metodologia.

A separação por sedimentação é usada para as frações silte e argila. Os limites de tamanho entre as frações são definidos em função do diâmetro esférico equivalente (DEE). Considera-se que as partículas em uma dada classe de tamanho teriam uma velocidade de sedimentação equivalente a partículas esféricas com uma densidade fixa (definida em função da mineralogia do solo em questão) e um diâmetro dentro dos limites desta classe. De acordo com a Lei de Stokes, são definidos tempos de sedimentação para cada classe de tamanho em função da temperatura da suspensão e da densidade média das partículas consideradas (Elliott & Cambardella, 1991). Entretanto, pressupostos básicos da Lei de Stokes são violados quando na separação de COM (Christensen, 1992), pois as partículas de solo geralmente não são esféricas e a densidade dos COM pode variar consideravelmente em função da quantidade de material orgânico associado ao COM (Golchin et al., 1994a). Apesar de o fracionamento baseado nesta lei não representar fielmente a realidade, ou seja, as partículas em uma dada classe não se encontrarem inteiramente dentro dos limites de tamanho da mesma, os resultados são reproduzíveis e comparáveis. Não obstante, Christensen (1996a) ressalta que as limitações da Lei de Stokes tornam-se críticas quando são utilizados intervalos de classes de tamanho muito reduzidos, como, por exemplo, na separação da fração argila em várias sub-frações.

Durante o processo de separação por sedimentação, os compostos orgânicos presentes podem ser parcialmente consumidos ou sofrerem alterações em sua composição em função da atividade microbológica (Baldock et al., 1990a, b). Isso ocorre devido ao elevado tempo de separação, chegando a algumas semanas para partículas mais finas. Acredita-se que este efeito seja anulado quando média à alta energia ultrasônica é usada na

dispersão, assim como soluções salinas concentradas são empregadas na floculação das frações (Christensen, 1996a). O uso de centrifugação na separação das frações mais finas reduz drasticamente o tempo de processamento, podendo eliminar tal influência da microbiota (Christensen, 1996a). Todavia, a magnitude do problema ainda não foi sistematicamente investigada (Christensen, 2000).

A escolha do método de fracionamento depende do objetivo do estudo. Num estudo comparativo de degradação do solo, onde se busca verificar se determinado uso do solo está conduzindo a uma maior ou menor qualidade ambiental, o fracionamento densimétrico (quantificação do carbono orgânico total associado à matéria orgânica não complexada livre) ou o fracionamento granulométrico (quantificação do carbono orgânico total associado à fração areia) poderiam atender às questões de pesquisa.

Por outro lado, em estudos visando acessar a dinâmica e disponibilidade dos diferentes compartimentos da MOS, o fracionamento granulométrico (COM-secundários) combinado ao densimétrico traria um maior volume de informações.

Em sistemas onde se esperam grandes quantidades de matéria orgânica não complexada oclusa, o uso de fracionamento em COM-primários (fracionamento granulométrico) não seria adequado, pois esta fração não pode ser isolada.

Um outro aspecto importante parece ser a mineralogia. Solos oxídicos apresentam unidades básicas estruturais diferentes de solos cauliníticos, exigindo diferentes limites entre macro e micro-agregados no fracionamento em COM-secundários. O refinamento de metodologias de fracionamento nesses solos exigirá um grande esforço de pesquisa no sentido de se determinarem tais limites.

Neste contexto, a elaboração e análise de modelos conceituais do sistema a ser estudado (ex.: Fig. 1 e 9) são extremamente úteis na definição dos esquemas de fracionamento a serem adotados. Além disso, a ligação do método de fracionamento ao modelo conceitual torna possível a quantificação dos seus diferentes compartimentos de MOS. Atualmente, os modelos de





## Considerações Finais



simulação da dinâmica da MOS são embasados em compartimentos conceituais, não quantificáveis analiticamente (Smith et al., 1997). Ligar o método de fracionamento ao modelo conceitual favoreceria à 'modelagem do mensurável' ao invés da 'medição do modelável' (Christensen, 1996; Elliott et al., 1996; Magrid et al., 1996). A melhoria na capacidade preditiva e, sobretudo, a possibilidade de validação de tais modelos de simulação seriam extremamente relevantes para um melhor entendimento da dinâmica da MOS e compreensão, tanto de processos locais (ex.: disponibilidade de N em um solo cultivado), como globais (ex.: efeito do sistema de uso do solo no ciclo global de C em um ecossistema, região, bioma). O melhor entendimento dos processos retornaria na forma de aprimoramento do modelo conceitual inicial, fechando-se o ciclo em um modelo circular e dinâmico de pesquisa.

São ainda desafios metodológicos a padronização de procedimentos, tais como as classes de tamanho de partícula e métodos de dispersão. Entretanto, como mencionado anteriormente, esta padronização deve ser flexível o suficiente para englobar a diversidade de solos e ecossistemas potencialmente estudáveis. Tomando o exemplo da quantidade de energia a se aplicar na dispersão do solo antes do fracionamento, deve-se buscar padrões como "energia para a máxima dispersão" e não um valor fixo de energia para todos os solos. Isso quer dizer que a padronização necessária não é essencialmente quantitativa, mas sim qualitativa.

AMADO, T. C. J.; MIELNICZUK, J.; FERNANDES, S. B. V.; BAYER, C. Culturas de cobertura, acúmulo de nitrogênio total no solo e produtividade de milho. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 23, p. 679-686, 1999.

AMELUNG, W.; ZECH, W. Minimisation of organic matter disruption during particle-size fractionation of grassland epipedons. **Geoderma**, Amsterdam, v. 92, p. 73-85, 1999.

ANGERS, D. A.; CHENU, C. Dynamics of soil aggregation and C sequestration. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. **Soil processes and the carbon cycle**: advances in soil science. Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 199-206.

BALDOCK, J. A.; KAY, B. D.; SCHNITZER, M. Influence of cropping treatments on the monosaccharide content of the hydrolysates of soil and its aggregate fractions. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 67, p. 489-499, 1987.

BALDOCK, J. A.; OADES, J. M.; VASSALLO, A. M.; WILSON, M. A. Incorporation of uniformly labelled  $^{13}\text{C}$ -glucose into the organic fraction of a soil. Carbon balance and CP/MAS  $^{13}\text{C}$  NMR measurements. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 27, p. 725-746, 1989.

BALDOCK, J. A.; OADES, J. M.; VASSALLO, A. M.; WILSON, M. A. Solid-state CP/MAS  $^{13}\text{C}$  NMR analysis of particle size and density fractions of a soil incubated with uniformly labelled  $^{13}\text{C}$ -glucose. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 28, p. 193-212, 1990a.

BALDOCK, J. A.; OADES, J. M.; VASSALLO, A. M.; WILSON, M. A. Solid-

## Referências Bibliográficas

state CP/MAS  $^{13}\text{C}$  NMR analysis of bacterial and fungal cultures isolated from a soil incubated with glucose. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 28, p. 213-225, 1990b.

BALDOCK, J. A.; OADES, J. M.; WATERS, A. G.; PENG, X.; VASSALLO, A. M.; WILSON, M. A. Aspects of the chemical structure of soil organic materials as revealed by solid-state  $^{13}\text{C}$  NMR spectroscopy. **Biogeochemistry**, Dordrecht, v. 16, p. 1-42, 1992.

BALESDENT, J. The significance of organic separates to carbon dynamics and its modelling in some cultivated soils. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 47, p. 485-493, 1996.

BALESDENT, J.; BESNARD, E.; ARROUAYS, D.; CHENU, C. The dynamics of carbon in particle-size fractions of soil in a forest-cultivation sequence. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 201, p. 49-57, 1998.

BALESDENT, J.; PÉTRAUD, J. P.; FELLER, C. Effets des ultrasons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. **Science du Sol**, Plaisir, v. 29, p. 95-106, 1991.

BALESDENT, J.; WAGNER, G. H.; MARIOTTI, A. Soil organic matter turnover in long-term field experiments as revealed by carbon-13 natural abundance. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 52, p. 118-124, 1988.

BARRIOS, E.; BURESH, R. J.; SPRENT, J. I. Organic matter in soil particle size and density fractions from maize and legume cropping systems. **Soil**

**Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 28, p. 185-193, 1996.

BEARE, M. H.; BRUCE, R. R. A comparison of methods for measuring water-stable aggregates: implications for determining environmental effects on soil structure. **Geoderma**, Amsterdam, v. 56, p. 87-104, 1993.

BEARE, M. H.; HENDRIX, P. F.; COLEMAN, D. C. Water-stable aggregates and organic matter fractions in conventional and no-tillage soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 58, p. 777-786, 1994.

BENITES, V. M.; MENDONÇA, E. S.; SCHAEFFER, C. E. R.; MARTIN-NETO, L. Caracterização dos ácidos húmicos extraídos de um Latossolo Vermelho-Amarelo e de um Podzol por análise termodiferencial e pela espectroscopia de absorção infravermelho. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 23, p. 543-551, 1999.

BLEAM, W. F. Soil science applications of nuclear magnetic resonance spectroscopy. **Advances in Agronomy**, San Diego, v. 46, p. 91-155, 1991.

BORGES, A.; KIEHL, J. C. Alteração da matéria orgânica de um Latossolo Amarelo Álico de Cruz das Almas (BA), pelo cultivo com frutíferas perenes e mandioca. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 20, p. 313-318, 1996.

BREMER, E.; JANZEN, H. H.; JOHNSTON, A. M. Sensitivity of total, light fraction and mineralizable organic matter to management practices in a Lehtbridge soil. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 74, p. 131-138, 1994.

BURNS, R. G. Enzyme activity in soil location and a possible role in microbial ecology. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 14, p. 423-427, 1982.

CADISH, G.; IMHOF, H.; URQUIAGA, S.; BODDEY, R. M.; GILLER, K. E. Carbon turnover ( $^{13}\text{C}$ ) and nitrogen mineralization potential of particulate light soil organic matter after rainforest clearing. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 28, p. 1555-1567, 1997.

CAMBARDELLA, C. A. Experimental verification of simulated soil organic

matter pools. In: LAL, R., KIMBLE, J. M., FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle**. Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 519-526.

CAMBARDELLA, C. A.; ELLIOTT, E. T. Carbon and nitrogen dynamics of soil organic matter fractions from cultivated grassland soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 58, p. 123-130, 1994.

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

CAMBARDELLA, C. A.; ELLIOTT, E. T. Particulate soil organic-matter changes across a grassland cultivation sequence. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 56, p. 777-783, 1992.

CARTER, M. R. Organic matter and sustainability. In: REES, R. M.; BALL, B. C.; CAMPBELL, C. D.; WATSON, C. A. (Ed.). **Sustainable management of soil organic matter**. New York: CABI Publishing, 2001. p. 9-22.

CASTRO-FILHO, C., MUZILLI, O.; PODANOSCHI, A. L. Estabilidade dos agregados e sua relação com o teor de carbono orgânico num Latossolo Roxo distrófico, em função de sistemas de plantio, rotações de culturas e métodos de preparo das amostras. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 22, p. 527-538, 1998.

CHRISTENSEN, B. T. Carbon and nitrogen in particle size fractions isolated from Danish arable soils by ultrasonic dispersion and gravity-sedimentation. **Acta Agriculturae Scandinavica**, Stockholm, v. 35, p. 175-187, 1985.

CHRISTENSEN, B. T. Matching measurable soil organic matter fractions with conceptual pools in simulation models of carbon turnover: revision of model structure. In: POWLSON, D. S.; SMITH, P.; SMITH, J. V. (Ed.). **Evaluation of soil organic matter models**. Berlin: Springer-Verlag, 1996a. p. 143-159. (NATO ASI Series, v. I, 38).

CHRISTENSEN, B. T. **Organic matter in soil**: structure, function and turnover. Tjele: DIAS, 2000. 95 p. (DIAS Report. Plant Production, 30).

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

CHRISTENSEN, B. T. Straw incorporation and soil organic matter in macro-aggregates and particle size separates. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 37, p. 125-135, 1986.

CHRISTENSEN, B. T. Structure and organic matter storage in agricultural soils. In: CARTER, M. R.; STEWART, B. A. (Ed.). **Structure and organic matter storage in agricultural soils**. Boca Raton: CRC Press, 1996b. p. 97-165. (Advances in Soil Science).

CHRISTENSEN, B. T.; BERTELSEN, F.; GISSEL-NIELSEN, G. Selenite fixation by soil particle-size separates. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 40, p. 641-647, 1989.

CHRISTENSEN, B. T.; JOHNSTON, A. E. Soil organic matter and soil quality lessons learned from long-term experiments at Askov and Rothamsted. In: GREGORICH, E. G.; CARTER, M. R. (Ed.). **Soil quality for crop production and ecosystem health**. Amsterdam: Elsevier, 1997. p. 399-431. (Developments in Soil Science, 25).

CLAPP, C. E.; HAYES, M. H. B. Sizes and shapes of humic substances. **Soil Science**, Baltimore, v. 164, p. 777-789, 1999.

COLLINS, H. P.; PAUL, E. A.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E. T. Characterization of soil organic carbon relative to its stability and turnover. In: PAUL, E. A.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E. T.; COLE, C. V. (Ed.). **Soil organic matter in temperate agroecosystems: long-term experiments in North America**. Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 51-72.

CORNEJO, J.; HERMOSÍN, M. C. Interactions of humic substances and soil clays. In: PICCOLO, A. (Ed.). **Humic substances in terrestrial ecosystems**. Amsterdam: Elsevier, 1996. p. 595-624.

CUNHA, T. J. F.; RIBEIRO, L. P. Qualidade e relações pedogenéticas da matéria orgânica de alguns solos da região de Irecê, BA. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 22, p. 693-704, 1998.

DALAL, R. C.; MAYER, R. J. Long-term trends in fertility of soils under continuous cultivation an cereal cropping in Southern Queensland. IV. Loss of organic carbon from different density functions. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 24, p. 301-309, 1984.

DICK, D. P.; GOMES, J.; BAYER, C.; BODMANN, B. Adsorção de ácidos húmicos em Latossolo Roxo natural e tratado com oxalato de amônio. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, p. 285-294, 2000.

DICK, D. P.; GOMES, J.; ROSINHA, P. B. Caracterização de substâncias húmicas extraídas de solos e de lodo orgânico. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 22, p. 603-611, 1998.

DUXBURY, J. M.; SMITH, M. S.; DORAN, J. W. Soil organic matter as a source and a sink of plant nutrients. In: COLEMAN, D. C.; OADES, J. M.; UEHARA, G. (Ed.). **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems**. Honolulu: University of Hawaii Press, 1989. p. 33-67.

EDWARDS, A. P.; BREMNER, J. M. Dispersion of soil particles by sonic vibration. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 18, p. 47-63, 1967a.

EDWARDS, A. P.; BREMNER, J. M. Microaggregates in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 18, p. 64-73, 1967b.

ELLIOTT, E. T. Aggregate structure and carbon, nitrogen, and phosphorus in native and cultivated soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 50, p. 627-633, 1986.

ELLIOTT, E. T.; CAMBARDELLA, C. A. Physical separation of soil organic matter. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, Amsterdam, v. 34, p. 407-419, 1991.

ELLIOTT, E. T.; PALM, C. A.; REUSS, D. E.; MONZ, C. A. Organic matter contained in soil aggregates from a tropical chronosequence: correction for sand and light fraction. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, Amsterdam, v. 34, p. 443-451, 1991.

ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K.; FREY, S. D. Modelling the measurable or measuring the modellable: a hierarchical approach to isolating meaningful soil organic matter fractions. In: : POWLSON, D. S.; SMITH, P.; SMITH, J. V. (Ed.). **Evaluation of soil organic matter models**. Berlin: Springer-Verlag, 1996. p. 161-179. (NATO. ASI Series, v. I, 38).

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. atual. Rio de Janeiro, 1997. 212 p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 1).

ERTEL, J. R.; HEDGES, J. I. The lignin component of humic substances: distribution among soil and sedimentary humic, fulvic, and base-insoluble fractions. **Geochemica et Cosmochimica Acta**, Elmsford, v. 48, p. 2065-2074, 1984.

FELLER, C. The concept of soil humus in the past three centuries. In: YAALON, D. H.; BERKOWICZ, S. (Ed.). **History of soil science**. Reiskirchen: Catena, 1997. p. 15-46. (Advances in GeoEconomy, 29).

FELLER, C. Un fractionnement granulométrique de la matière organique des sols en 1874. **Étude et Gestion des Sols**, v. 5, p. 195-200, 1998.

FELLER, C.; BALESSENT, J.; NICOLARDOT, B.; CERRI, C. Approaching "functional" soil organic matter pools through particle-size fractionation. Examples for tropical soils. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETR, R. F.; STEWART, B. (Ed.). **Assessment methods for soil carbon pools**. Boca Raton: CRC Press, 2000. p. 102-132. (Advances in Soil Science).

FELLER, C.; BEARE, N. H. Physical control of soil organic matter dynamics in the tropics. **Geoderma**, Amsterdam, v. 79, p. 69-116, 1997.

FELLER, C.; BURTIN, G.; GÉRARD, B.; BALESSENT, J. Utilisation des résines sodiques et des ultrasons dans le fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Intérêt et limites. **Science du Sol**, Plaisir, v. 29, p. 77-93, 1991.

FERREIRA, M. M.; FERNANDES, B.; CURI, N. Mineralogia da fração argila e estrutura de latossolos da Região Sudeste do Brasil. **Revista Brasileira de**



**Ciência do Solo**, Viçosa, v. 23, p. 507-514, 1999.

FONTES, M. R.; WEED, S. B.; BOWEN, L. H. Association of microcrystalline goethite and humic acid in some Oxisols from Brazil. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 56, p. 982-990, 1992.

FRANCHINI, J. C.; MALAVOLTA, E.; MIYAZAWA, M.; PAVAN, M. A. Alterações químicas em solos ácidos após a aplicação de resíduos vegetais. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 23, p. 533-542, 1999.

FREITAS, P. L.; BLANCANEUX, P.; GAVINELLI, E.; LARRÉ-LARROUY, M. C.; FELLER, C. Nível e natureza do estoque orgânico de latossolos sob diferentes sistemas de uso e manejo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 35, p. 157-170, 2000.

FREIXO, A. A.; CANELLAS, L. P.; MACHADO, P. L. O. de A. Propriedades espectrais da matéria orgânica leve-livre e intra-agregados de dois Latossolos sob plantio direto e preparo convencional. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 26, p. 445-453, 2002a.

FREIXO, A. A.; MACHADO, P. L. O. de A.; GUIMARÃES, C. M.; SILVA, C. A.; FADIGAS, F. S. Estoques de carbono e nitrogênio e distribuição de frações orgânicas de Latossolo do Cerrado sob diferentes sistemas de cultivo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 26, p. 425-434, 2002b.

FRIMMEL, F. H.; CHRISTMAN, R. F. **Humic substances and their role in the environment**: Dahlem workshop reports. Chichester: John Wiley, 1987. 271 p.

GALE, W. J.; CAMBARDELLA, C. A.; BAILEY, T. B. Root-derived carbon and the formation and stabilization of aggregates. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, p. 201-207, 2000a.

GALE, W. J.; CAMBARDELLA, C. A.; BAILEY, T. B. Surface residue- and root-derived carbon in stable and unstable aggregates. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, p. 196-201, 2000b.

GLASER, B.; TURRIÓN, M. B.; SOLOMON, D.; NI, A.; ZECH, W. Soil organic

matter quantity and quality in mountain soils of the Alay Range, Kyrgyzia, affected by land use change. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v. 31, p. 407-413, 2000.

GOLCHIN, A.; BALDOCK, J. A.; OADES, J. M. A model linking organic matter decomposition, chemistry, and aggregate dynamics. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle**. Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 245-266. (Advances in Soil Science).

GOLCHIN, A.; OADES, J. M.; SKJEMSTAD, J. O.; CLARKE, P. Soil structure and carbon cycling. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 32, p. 1043-1068, 1994a.

GOLCHIN, A.; OADES, J. M.; SKJEMSTAD, J. O.; CLARKE, P. Structural and dynamic properties of soil organic matter as reflected by  $^{13}\text{C}$  natural abundance, pyrolysis mass spectrometry and solid-state  $^{13}\text{C}$  NMR spectroscopy in density fractions of an Oxisol under forest and pasture. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 33, p. 59-76, 1995.

GOLCHIN, A.; OADES, J. M.; SKJEMSTAD, J. O.; CLARKE, P. Study of free and occluded particulate organic matter in soils by solid state  $^{13}\text{C}$  CP/MAS NMR spectroscopy and scanning electron microscopy. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 32, p. 285-309, 1994b.

GOMES, J. B. V.; RESENDE, M.; REZENDE, S. B.; MENDONÇA, E. S. Solos de três áreas de restinga. II. Dinâmica de substâncias húmicas, ferro e alumínio. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 33, p. 1921-1932, 1998.

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

GREGORICH, E. G.; ELLERT, B. H.; MONREAL, C. M. Turnover of soil organic matter and storage of corn residue carbon estimated from natural  $^{13}\text{C}$  abundance. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 75, p. 161-167, 1995.

GREGORICH, E. G.; KACHANOSKI, R. G.; VORONEY, R. P. Ultrasonic

dispersion of aggregates: distribution of organic matter in size fractions. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 68, p. 395-403, 1988.

GUGGENBERGER, G.; ZECH, W. Soil organic matter composition under primary forest, pasture, and secondary forest succession, Región Huetar Norte, Costa Rica. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 124, p. 93-104, 1999.

GUGGENBERGER, G.; ZECH, W.; THOMAS, R. J. Lignin and carbohydrate alteration in particle-size separates of an Oxisol under tropical pastures following native savanna. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 27, p. 1629-1638, 1995.

HASSINK, J.; WHITMORE, A. P. A model of the physical protection of organic matter in soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 61, p. 131-139, 1997.

HAYNES, R. J.; SWIFT, R. S. Stability of soil aggregates in relation to organic constituents and soil water content. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 41, p. 73-83, 1990.

HEDGES, J. I.; ERTEL, J. R. Characterization of lignin by gas capillary chromatography of cupric oxide oxidation products. **Analytical Chemistry**, Washington, v. 54, p. 174-178, 1982.

HINDS, A. A.; LOWE, L. E. The use of an ultrasonic probe in soil dispersion and in the bulk isolation of organo-mineral complexes. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 60, p. 389-392, 1980.

HUSSAIN, I.; OLSON, K. R.; EBELHAR, S. A. Long-term tillage effects on soil chemical properties and organic matter fractions. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 63, p. 1335-1341, 1999.

IGUE, K.; ALCOVER, M.; DERPSCH, R.; PAVAN, M. A.; MELLA, S. C.; MEDEIROS, G. B. **Adução orgânica**. Londrina: IAPAR, 1984. 33 p.

JANZEN, H. H.; CAMPBELL, C. A., ELLERT, B. H.; BREMER, E. Soil organic matter dynamics and their relationship to soil quality. In: GREGORICH, E. G.; CARTER, M. R. (Ed.). **Soil quality for crop production and ecosystem**

**health.** Amsterdam: Elsevier, 1997. p. 277-291. (Developments in Soil Science, 25).

JASTROW, J. D.; MILLER, R. M. Soil aggregate stabilization and carbon sequestration: feedbacks through organomineral associations. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle.** Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 207-223. (Advances in Soil Science).

JENKINSON, D. S. Studies on the decomposition of <sup>14</sup>C-labelled organic matter in soil. **Soil Science**, Baltimore, v. 111, p. 64-70, 1971.

JUNGERIUS, P. D.; VAN DEN ANCKER, J. A. M.; MUCHER, H. J. The contribution of termites to the microgranular structure of soils on the Uasin Gishu Plateau, Kenya. **Catena**, Amsterdam, v. 34, p. 349-363, 1999.

KAY, B. D. Soil structure and organic carbon: a review. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle.** Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 169-197. (Advances in Soil Science).

KEMPER, W. D. Aggregate stability. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis:** physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling. Madison: American Society of Agronomy, 1965. v. 1, p. 511-519. (ASA. Agronomy, 9).

KEMPER, W. D.; CHEPIL, W. S. Size distribution of aggregates. In: BLACK, C. A. (Ed.). **Methods of soil analysis:** physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling. Madison: American Society of Agronomy, 1965. v. 1, p. 499-510. (ASA. Agronomy, 9).

KUMADA, K. **Chemistry of soil organic matter.** Amsterdam: Elsevier, 1987. 241 p. (Developments in Soil Science, 17).

LAL, R.; KIMBLE, J.; FOLLETT, R. F. Pedospheric processes and carbon cycle. In: LAL, R.; KIMBLE, J.; FOLLETT, R. F.; STEWART, B. A. (Ed.). **Soil processes and the carbon cycle.** Boca Raton: CRC Press, 1997. p. 1-8. (Advances in Soil Science).

LEHMAN, J.; CRAVO, M. S.; ZECH, W. Organic matter stabilization in a

Xanthic Ferralsol of the central Amazon as affected by single trees: chemical characterization of density, aggregates, and particle size fractions. **Geoderma**, Amsterdam, v. 99, p. 147-168, 2001.

LONGO, R. M.; ESPÍNDOLA, C. R. C-orgânico, N-total e substâncias húmicas sob influência da introdução de pastagens (*Brachiaria* sp.) em áreas de Cerrado e floresta amazônica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, p. 723-729, 2000.

MACHADO, P. L. O. de A. **Método para a extração de substâncias húmicas do solo**: ácido húmico e ácido fúlvico. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 1999. 4 p. (Embrapa Solos. Comunicado Técnico, 1).

MACHADO, P. L. O. de A.; GERZABEK, M. H. Tillage and crop rotation interactions on humic substances of a Typic Haplorthox. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 26, p. 227- 236, 1993.

MAGRID, J.; GORISSEN, A.; GILLER, K. E. In search of the elusive 'active' fraction of soil organic matter: three size-density fractionation methods for tracing the fate of homogeneously <sup>14</sup>C-labelled plant material. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 28, p. 89-99, 1996.

MARCHIORI JÚNIOR, M.; MELO, W. J. Alterações na matéria orgânica e na biomassa microbiana em solo de mata natural submetido a diferentes manejos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 35, p. 1177-1182, 2000.

MEIJBOOM, F. W.; HASSINK, J.; VAN NOORDWIJK, M. Density fractionation of soil macroorganic matter using silica suspensions. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 27, p. 1109-1111, 1995.

MENDONÇA, E. S.; ROWELL, D. L. Influence of organic matter on the charges of soils from the Cerrado Region Brazil. In: SENESI, N.; MIANO, T. M. (Ed.). **Humic substances in the global environment and implications on human health**. Amsterdam: Elsevier, 1994. p. 661-666.

MENDONZA, H. N. S.; LIMA, E.; ANJOS, L. H. C.; SILVA, L. A.; CEDDIA, M. B.; ANTUNES, M. V. M. Propriedades químicas e biológicas de solo de tabuleiro cultivado com cana-de-açúcar com e sem queima da palhada. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, p. 201-207, 2000.

MOLLOY, L. F.; SPEIR, T. W. Studies on a climosequence of soil in tussock grasslands. 12. Constituents of the soil light fraction. **New Zealand Journal of Soil Science**, v. 20, p. 167-177, 1977.

MORAIS, F. I.; PAGE, A. L.; LUND, L. J. The effect of pH, salt concentration, and nature of electrolytes on the charge characteristics of Brazilian tropical soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 40, p. 521-527, 1976.

MORRA, M. J.; BLANK, R. R.; FREEDOM, L. L.; SHAFFI, B. Size fractionation of soil organo-mineral complexes using ultrasonic dispersion. **Soil Science**, Baltimore, v. 152, p. 294-303, 1991.

NANNIPIERI, P.; GRECO, S.; CECCANTI, B. Ecological significance of the biological activity in soil. In: BOLLAG, J. M.; STOTZKY, G. (Ed.). **Soil biochemistry**. New York: Marcel Dekker, 1990. p. 293-355.

NEUFELDT, H.; AYARZA, M. A.; RESCK, D. V. S.; ZECH, W. Distribution of water-stable aggregates and aggregating agents in Cerrado Oxisols. **Geoderma**, Amsterdam, v. 93, p. 85-99, 1999.

NORTH, P. F. Towards an absolute measurement of soil structural stability using ultrasound. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 27, p. 451-459, 1976.

OADES, J. M. The role of biology in the formation, stabilization and aggregation of soil structure. **Geoderma**, Amsterdam, v. 56, p. 377-400, 1993.

OADES, J. M. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 76, p. 319-337, 1984.

OADES, J. M.; VASSALLO, A. M.; WATERS, A. G.; WILSON, M. A.

Characterization of organic matter in particle size and density fractions from a red-brown earth by solid-state  $^{13}\text{C}$  NMR. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 25, p. 71-82, 1987.

OADES, J. M.; WATERS, A. G. Aggregate hierarchy in soils. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 29, p. 815-828, 1991.

OLIVEIRA, J. B.; JACOMINE, P. K.; CAMARGO, M. N. **Classes gerais de solos do Brasil**: guia auxiliar para seu reconhecimento. Jaboticabal: FUNEP, 1992. 201 p.

PARFITT, R. L.; THENG, J. S.; WHITTON, J. S.; SHEPHERD, T. G. Effects of clay minerals and land use on organic matter pools. **Geoderma**, Amsterdam, v. 75, p. 1-12, 1997.

PEREIRA, J.; PERES, J. R. R. Manejo da matéria orgânica. In: GOEDERT, W. J. (Ed.). **Solos dos cerrados**: tecnologias e estratégias de manejo. São Paulo: Nobel, 1987. 422 p.

PICCOLO, A. Humus and soil conservation. In: PICCOLO, A. (Ed.). **Humic substances in terrestrial ecosystems**. Amsterdam: Elsevier, 1996. p. 225-264.

PICCOLO, A.; CONTE, P. Advances in nuclear magnetic resonance and infrared spectroscopies of soil organic particles. In: HUANG, P. M.; SENESI, N.; BUFFLE, J. (Ed.). **Structure and surface reactions of soil particles**. New York: J. Wiley, 1998. p. 184-250.

PICCOLO, A.; MBAGWU, J. S. C. Effect of different organic waste amendments on soil microaggregates stability and molecular sizes of humic substances. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 123, p. 27-37, 1990.

RAIJ, B. van. A capacidade de troca de cátions das frações orgânica e mineral em solos. **Bragantia**, Campinas, v. 28, p. 85-112, 1969.

RAINE, S. R.; SO, H. B. An energy based parameter for the assessment of aggregate bond energy. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 44, p. 249-259, 1993.

RAINE, S. R.; SO, H. B. Ultrasonic dispersion of soil in water: the effect of suspension properties on energy dissipation and soil dispersion. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 32, p. 1157-1174, 1994.

RANDALL, E. W.; MATHIEU, N.; POWLSON, D. S.; CHRISTENSEN, B. T. Fertilization effects on organic matter in physically fractionated soils as studied by  $^{13}\text{C}$  NMR: results from long-term field experiments. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 46, p. 557-565, 1995.

RESCK, D. V. S.; VASCONCELLOS, C. A.; VILELA, L.; MACEDO, M. C. M. Impact of conversion of Brazilian Cerrados to cropland and pasture land on soil carbon pool and dynamics. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; STEWART, B. A. (Ed.). **Global climate change and tropical ecosystems**. Boca Raton: CRC Press, 1999. p. 169-196. (Advances in Soil Science).

RESENDE, M. Aplicações de conhecimentos pedológicos à conservação de solos. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 11, n. 128, p. 3-18, 1985.

RESENDE, M.; CURI, N.; REZENDE, S. B.; CORRÊA, G. F. **Pedologia**: base para distinção de ambientes. 2. ed. Viçosa: NEPUT, 1997. 367 p.

ROSCOE, R. **Soil organic matter dynamics in a Cerrado Oxisol**. 2002. 156 p. Tese (Doutorado) - Wageningen University, Wageningen.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P. Tillage effects on soil organic matter in density fractions of a Cerrado Oxisol. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, 2003. No prelo.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P.; VELTHORST, E. J. Disruption of soil aggregate by different amounts of ultrasonic energy in SOM fractionation of a clay Latosol: carbon, nitrogen, and  $^{13}\text{C}$  distribution in particle-size fractions. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 51, p. 445-454, 2000.

ROSCOE R.; BUURMAN, P.; VELTHORST, E. J.; VASCONCELLOS, C. A. Soil organic matter dynamics in density and particle-size fractions as revealed by the  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  isotopic ratio in a Cerrado's Oxisol. **Geoderma**, Amsterdam, v. 104, p. 185-202, 2001.

ROTH, C. H.; WILCZYNSKI, W.; CASTRO FILHO, C. C. Effect of tillage and liming on organic matter composition in a Rhodic Ferralsol from southern



Brazil. **Zeitschrift Pflanzenernaehrung und Bodenkunde**, Weinheim, v. 155, p. 175-179, 1992.

SÁ, M. A. C. ; LIMA, J. M.; SILVA, M. L. N.; DIAS JUNIOR, M. S. Índice de desagregação do solo baseado em energia ultra-sônica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 23, p. 525-531, 1999.

SAIZ-JIMENEZ, C. The chemical structure of humic substances: recent advances. In: PICCOLO, A. (Ed.). **Humic substances in terrestrial ecosystems**. Amsterdam: Elsevier, 1996. p. 1-44.

SCHLESINGER, W. H. **Biogeochemistry**: an analysis of global change. 2. ed. San Diego: Academic Press, 1997. 588 p.

SCHMIDT, M. W. I.; NOACK, A. G. Black carbon in soils and sediments: analysis, distribution, implications, and current challenges. **Global Biogeochemical Cycles**, Washington, v. 14, p. 777-793, 2000.

SCHMIDT, M. W. I.; RUMPEL, C.; KÖGEL-KNABER, I. Particle size fractionation of soil containing coal and combusted particles. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 50, p. 515-522, 1999.

SCHNITZER, M. Humic substances: chemistry and reactions. In: SCHNITZER, M.; KHAN, S. U. (Ed.). **Soil organic matter**. New York: Elsevier, 1978. p. 1-64.

SCHULTEN, H. R.; LEINWEBER, P. New insights into organic-mineral particles: composition, properties and molecular structure. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v. 30, p. 399-432, 2000.

SHANG, C.; TIESSEN, H. Sequential versus parallel density fractionation of silt-sized organo-mineral complexes of tropical soils using metatungstate. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 33, p. 259-262, 2001.

SILVA, A. C.; MENDONÇA, E. S.; MARTINS, M. L.; REIS, C. A natureza fractal de ácidos húmicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, p. 759-766, 2000a.

SILVA, C. A.; ANDERSON, S. J.; GUILHERME, L. R. G. Uso da cromatografia

de exclusão por tamanho na caracterização de substâncias húmicas de Latossolo Vermelho-Escuro sob efeito da calagem. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, p. 495-503, 2000b.

SILVA, J. E.; RESCK, D. V. S. Matéria orgânica do solo. In: VARGAS, M. A. T.; HUNGRIA, M. (Ed.). **Biologia dos solos dos cerrados**. Planaltina: EMBRAPA-CPAC, 1997. p. 467-524.

SIX, J.; ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K. Aggregate and soil organic matter dynamics under conventional and no-tillage systems. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 63, p. 1350-1358, 1999a.

SIX, J.; ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K. Soil macroaggregate turnover and microaggregate formation: a mechanism for C sequestration under no-tillage agriculture. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 32, p. 2099-2103, 2000a.

SIX, J.; ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K.; DORAN, J. W. Aggregation and soil organic matter accumulation in cultivated and native grassland soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 62, p. 1367-1377, 1998.

SIX, J.; MERCKX, R.; KIMPE, K.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E. T. A re-evaluation of the enriched labile soil organic matter fraction. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 51, p. 283-293, 2000b.

SIX, J.; SCHULTZ, P. A.; JASTROW, J. D.; MERCKX, R. Recycling of sodium polytungstate used in soil organic matter studies. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 31, p. 1193-1196, 1999b.

SKJEMSTAD, J. O.; CLARKE, P.; TAYLOR, J. A.; OADES, J. M.; McCLURE, S. G. The chemistry and nature of protected carbon in soil. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 36, p. 251-271, 1996.

SKJEMSTAD, J. O.; DALAL, R. C.; BARRON, P. F. Spectroscopic investigations of cultivation effects on organic matter of Vertisols. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 50, p. 354-359, 1996.

SKJEMSTAD, J. O.; FEUVRE, R. P. L.; PREBBLE, R. E. Turnover of soil organic matter under pasture as determined by <sup>13</sup>C natural abundance.

**Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 28, p. 267-276, 1990.

SMITH, P.; SMITH, J. U.; POWLSON, D. S.; MCGILL, W. B.; ARAH, J. R. M.; CHERTOV, O. G.; COLEMAN, K.; FRANKO, U.; FROLKING, S.; JENKINSON, D. S.; JENSEN, L. S.; KELLY, R. H.; KLEIN-GUNNEWIEK, H.; KOMAROV, A. S.; LI, C.; MOLINA, J. A. E.; MUELLER, T.; PARTON, W. J.; THORNLEY, J. H. M.; WHITMORE, A. P. A comparison of the performance of nine soil organic matter models using datasets from seven long-term experiments. **Geoderma**, Amsterdam, v. 81, p. 153-225, 1997.

SOLOMON, D.; LEHMANN, J.; ZECH, W. Land use effects on soil organic matter properties of chromic luvisols in semi-arid northern Tanzania: carbon, nitrogen and carbohydrates. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, Amsterdam, v. 78, p. 203-213, 2000.

SPYCHER, G.; SOLLINS, P.; ROSE, S. Carbon and nitrogen in the light fraction of a forest soil: vertical distribution and seasonal patterns. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 51, p. 1390-1393, 1983.

STEVENSON, F. J.; COLE, M. A. **Cycles of soils: carbon, nitrogen, phosphorus, sulfur, micronutrients**. 2. ed. New York: J. Wiley, 1999. 427 p.

STEVENSON, F. J.; ELLIOTT, E. T. Methodologies for assessing the quantity and quality of organic matter. In: COLEMAN, D. C.; OADES, J. M.; UEHARA, G. (Ed.). **Dynamics of soil organic matter in tropical ecosystems: NifTAL Project**. Honolulu: University of Hawaii, 1989. p. 173-199.

SWIFT, R. S. Organic matter characterization. In: SPARKS, D. L.; PAGE, A. L.; HELMKE, P. A.; LOEPPERT, R. H.; SOLTANPOUR, P. N.; TABATABAI, M. A.; JOHNSTON, C. T.; SUMNER, M. E. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society of America: American Society of Agronomy, 1996. p. 1011-1020.

SWIFT, M. J.; WOOMER, P. Organic matter and the sustainability of agricultural systems: definition and measurement. In: MULONGO, K.; MERCKX, R. (Ed.). **Soil organic matter dynamics and sustainability of tropical agriculture**. Chichester: J. Willey, 1993. p. 3-18.

TISDALL, J. M.; OADES, J. M. The effect of crop rotation on aggregation in a red brown earth. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 18, p. 423-433, 1980.

TISDALL, J. M.; OADES, J. M. Organic matter and water stable aggregates in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 33, p. 141-163, 1982.

TRAPNELL, C. G.; WEBSTER, R. Microaggregates in a red earth and related soils in East and Central Africa, their classification and occurrence. **Journal of Soil Science**, Oxford, v 37, p. 109-123, 1986.

TRUMBORE, S. E.; ZHENG, S. Comparison of fractionation methods for soil organic matter <sup>14</sup>C analysis. **Radiocarbon**, New Haven, v. 38, p. 219-229, 1996.

TURCHENEK, L. W.; OADES, J. M. Fractionation of organo-mineral complexes by sedimentation and density techniques. **Geoderma**, Amsterdam, v. 21, p. 311-343, 1979.

VOLKOFF, B.; CERRI, C. C. Comparação de húmus de um Solontchak, um Rendzina e um solo Litólico da região Semi-árida do Rio Grande do Norte. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 4, p. 49-56, 1980.

VOLKOFF, B.; CERRI, C. C. Húmus em solos da floresta amazônica na região do rio Madeira. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 5, p. 15-21, 1981.

VOLKOFF, B.; CERRI, C. C. Quelques propriétés de l'humus d'un sol ferrallitique humifière sur granite du Paraná, Brésil. **Science du Sol**, Plaisir, v. 4, p. 269-280, 1978.

VOLKOFF, B.; CERRI, C. C.; MELFI, A. J. Húmus e mineralogia dos horizontes superficiais de três solos de campo de altitude dos Estados de Minas Gerais, Paraná e Santa Catarina. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 8, p. 277-283, 1984.

VOLKOFF, B.; FLEXOR, J. M.; SANTA-ISABEL, L. M.; SANTA-ISABEL, M. Natureza do húmus nos Latossolos distróficos da Bahia. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 2, p. 59-63, 1978.

VOLKOFF, B.; POLO, A.; CERRI, C. C. Caractéristiques biochimiques des acides humiques des sols tropicaux du Brésil. Distinction fondamentale entre les sols équatoriaux et les sols des régions à climat tropical contrasté. **Comptes Rendus de l'Academie des Sciences**, Paris, v. 307, p. 95-100, 1988.

WANDER, M. M.; BIDART, M. G. Tillage practice influences on the physical protection, bioavailability and composition of particulate organic matter. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v. 32, p. 360-367, 2000.

WIGLEY, T. M. L.; SCHIMMEL, D. S. **The carbon cycle**. Cambridge: Global Change Institute: Cambridge University Press, 2000. 292 p.

YAKOVCHENKO, V. P.; SIKOVA, L. J.; MILLNER, P. D. Carbon and nitrogen mineralization of added particulate and macroorganic matter. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 30, p. 2139-2146, 1998.

YODER, R. E. A direct method of soil aggregate analysis of soils and a study of the physical nature of erosion losses. **Journal of American Society of Agriculture**, v. 28, p. 337-351, 1936.





