

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

VANNESSA DE JONGE

**AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ENZIMÁTICA EM SOLOS QUIMICAMENTE
EQUIVALENTES E COM DIFERENTES PRODUTIVIDADES**

PONTA GROSSA

2022

VANNESSA DE JONGE

**AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ENZIMÁTICA EM SOLOS QUIMICAMENTE
EQUIVALENTES E COM DIFERENTES PRODUTIVIDADES**

**Evaluation of enzymatic activity and physicochemical in chemically equivalent
soils and with different yields**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química, pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa.

Orientadora: Prof. Dra. Simone Delezuk Inglês

PONTA GROSSA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es).
Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



**Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Ponta Grossa**



VANNESSA DE JONGE

**AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ENZIMÁTICA EM SOLOS QUIMICAMENTE EQUIVALENTES E COM
DIFERENTES PRODUTIVIDADES**

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestra Em Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Desenvolvimento De Processos.

Data de aprovação: 29 de Agosto de 2022

Dra. Simone Delezuk Inglez, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dra. Erica Roberta Lovo Da Rocha Watanabe, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Guilherme Jose De Castilho, Doutorado - Universidade Estadual de Campinas (Unicamp)

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 29/08/2022.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida e por me guiar em todos os momentos, à minha família, por todo amor e incentivo.

Ao apoio dos colegas de trabalho, que me ajudaram na condução dos ensaios e coleta das amostras em campo.

Ao produtor, pela disponibilidade em utilizar os resultados das amostras de sua propriedade para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço à minha orientadora, Prof^a Dr^a Simone Delezuk Inglês, pela atenção e oportunidade de aprendizado durante este período de mestrado.

“O começo de todas as ciências é o espanto de as coisas serem o que são”.

(Aristóteles)

RESUMO

O solo é um dos principais limitadores para o aumento da produtividade no campo, bem como a atividade agrícola e as diferentes práticas de manejo. A avaliação da qualidade do solo foi o objetivo deste trabalho, com a análise físico-química e da atividade enzimáticas de amostras de solos coletadas de uma área agrícola particular e a análise química do tecido vegetal de milho, safra 2020/2021 que apresentou desenvolvimento irregular em toda a sua extensão, visando compreender de que formas o manejo agrícola utilizado afetou no desenvolvimento regular da cultura em estudo. Os ensaios foram realizados utilizando técnicas analíticas com metodologias validadas em laboratório, e a atividade enzimática foi avaliada levando em consideração a concentração das enzimas Arilsulfatase e Beta-glicosidade, bem como as demais análises físico-químicas com a comparação das amostras de solos e plantas das áreas que apresentaram sintomas visíveis de desenvolvimento da cultura de milho em relação às amostras com desenvolvimento considerado normal. Além disso foram avaliados os resultados obtidos para os contaminantes do solo com relação às legislações ambientais. De forma geral, os parâmetros químicos em relação aos valores de referência para fertilidade do solo e nutrição de plantas, ficaram acima dos valores médios para a cultura de milho, evidenciando a importância de um planejamento prévio da safra, a fim de garantir não só a alta produtividade aliada a rentabilidade, mas, além disso, um cuidado com o cultivo do solo e sua preservação para as próximas culturas. Já a concentração dos elementos potencialmente tóxicos estudados ficaram abaixo quando comparados com os valores de referência estipulados pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente.

Palavras-chave: análises físico-químicas; atividade enzimática; indicadores da qualidade; milho; solo.

ABSTRACT

Soil is one of the main limiters for increasing productivity in the field, as well as agricultural activity and different management practices. The evaluation of soil quality was the objective of this work, with the physical-chemical and the enzymatic activity analysis of soil samples collected from a particular agricultural area and the chemical analysis of the plant tissue of the maize crop, 2020/2021 crop that showed irregular development throughout its extension, aiming to understand how the agricultural management used affected the regular development of the crop under study. The analyzes were carried out using analytical techniques with methodologies validated in the laboratory, and the enzymatic activity was evaluated taking into account the concentration of Arylsulfatase and Beta-glucosity enzymes, as well as the other physicochemical analyzes with the comparison of soil and plant samples from the areas that showed visible symptoms of maize crop development in relation to samples with development considered normal. In addition, the results obtained for soil contaminants in relation to environmental legislation were evaluated. In general, the chemical parameters in relation to the reference values for soil fertility and plant nutrition, were above the average values for the corn crop, evidencing the importance of a previous harvest planning, in order to guarantee not only the high productivity combined with profitability, but, in addition, care with the cultivation of the soil and its preservation for the next crops. The concentration of potentially toxic elements studied were below when compared to the reference values stipulated by the National Council for the Environment.

Keywords: physical-chemical analysis; enzymatic activity; quality indicators; corn; soil.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Camadas do solo	19
Figura 2 – Principais classes de solos da região dos Campos Gerais	20
Figura 3 – Curva de resposta modelo	22
Figura 4 – Esquema óptico do espectrofotômetro ultravioleta-visível de dois feixes	32
Figura 5 – Curva de calibração - Análise de fósforo resina em solo	74
Figura 6 – Curva de calibração - Análise de magnésio em solo	74
Figura 7 – Curva de calibração - Análise de potássio em solo	75
Figura 8 – Curva de calibração - Análise de cálcio em solo	76
Figura 9 – Curva de calibração - Análise de sódio em solo	77
Figura 10 – Curva de calibração - Análise de matéria orgânica em solo	78
Figura 11 – Curva de calibração - Análise de enxofre em solo	78
Figura 12 – Curva de calibração - Análise de micronutrientes em solo, configurações ICP-OES e resultados das amostras	79
Figura 13 – Curva de calibração - Análise de enzimas em solo	83
Figura 14 – Curva de calibração - análise de macro e micronutrientes em tecido vegetal, configurações ICP-OES e resultados das amostras	84
Figura 15 – Curva de calibração - análise de elementos potencialmente tóxicos em tecido vegetal, configurações ICP-OES e resultados das amostras	91
Figura 16 – Curva de calibração - análise de elementos potencialmente tóxicos em solos, configurações ICP-OES e resultados das amostras	98

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Relação da condutividade elétrica e profundidade	52
Gráfico 2 – Média do teor de K, Na e C.E. em solo	53
Gráfico 3 – Média do teor de MO, Ca, CTC, argila e Mg em solo.....	54
Gráfico 4 – Proporção média de Textura.....	57

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Ocorrência de classes de solos no estado do Paraná.....	17
Quadro 2 – Valores críticos do Coeficiente de correlação r de Pearson	17

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Análises nas amostras de solo	36
Tabela 2 – Análises nas amostras de tecido vegetal	37
Tabela 3 – Resultados de análise de macronutrientes e acidez em amostras de solos	47
Tabela 4 – Resultados de análise de micronutrientes e condutividade elétrica em amostras de solos	49
Tabela 5 – Matriz de correlação	55
Tabela 6 – Resultados de análise de textura do solo	56
Tabela 7 – Resultados de análise de elementos potencialmente tóxicos em amostras de solos	58
Tabela 8 – Resultados de análise enzimática em amostras de solos	59
Tabela 9 – Resultados de análise de macro e micronutrientes em tecido vegetal	61
Tabela 10 – Correlação entre macronutriente do solo e tecido vegetal	61
Tabela 11 – Resultados de análise de elementos potencialmente tóxicos em tecido vegetal	62

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	16
3 REFERENCIAL TEÓRICO	17
3.1 Caracterização do solo nos Campos Gerais do Paraná	17
3.2 Área de estudo	20
3.3 Análises físico-químicas em amostras de solo	21
3.3.1 pH em Cloreto de cálcio (CaCl ₂)	22
3.3.2 Acidez (Hidrogênio + alumínio)	23
3.3.3 Alumínio	23
3.3.4 Matéria orgânica	24
3.3.5 Macronutrientes (Fósforo, Magnésio, Potássio e Cálcio – Resina)	24
3.3.6 Enxofre	25
3.3.7 Boro	25
3.3.8 Cobre, Ferro, Zinco e Manganês	26
3.3.9 Textura	26
3.3.10 Elementos potencialmente tóxicos	27
3.3.11 Sódio	27
3.3.12 Condutividade elétrica	28
3.3.13 Análise enzimática	28
3.4 Análises químicas em amostras de tecido vegetal	29
3.5 Instrumentação analítica	30
3.5.1 Potenciometria	30
3.5.2 Espectrofotometria UV/VIS	31
3.5.3 Espectrometrias de Absorção e Emissão Atômica	33
4.1 Localização da área de estudo	35
4.2 Preparo das amostras	36
4.3 Reagentes e soluções	37
4.4 Procedimento para análise em amostras de solo	37
4.4.1 pH em Cloreto de cálcio + SMP	37
4.4.2 Matéria orgânica	38
4.4.3 Alumínio	38

4.4.4 Fósforo, potássio, cálcio e magnésio (Resina).....	38
4.4.5 Enxofre	39
4.4.6 Boro.....	40
4.4.7 Cobre, Ferro, Zinco e Manganês.....	41
4.4.8 Textura	41
4.4.9 Elementos potencialmente tóxicos	42
4.4.10 Sódio	43
4.4.11 Condutividade elétrica	43
4.4.12 Enzimas.....	43
4.5 Procedimento para análise em amostras de tecido vegetal.....	44
4.5.1 Macro e micronutrientes	44
4.5.2 Nitrogênio	45
4.5.3 Elementos potencialmente tóxicos	45
4.6 Análise estatística	45
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
6 CONCLUSÃO	64
REFERÊNCIAS.....	66
ANEXO A: VALORES CRÍTICOS DO COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO R DE PEARSON	71
ANEXO B: CURVAS DE CALIBRAÇÃO E RESULTADOS ANALÍTICOS	73

1 INTRODUÇÃO

Para que se conheça o solo de determinada região, é preciso levar em conta fatores e processos relacionados à sua formação, já que a composição do solo é uma coletânea de corpos naturais organizados e tridimensionais e constituídos por partes sólidas, líquidas e gasosas. Além disso, ele recobre grande parte das extensões continentais do planeta, contém matéria viva e é um meio para o crescimento das plantas (SANTOS *et al.*, 2018).

No Brasil, devido à grande extensão territorial, tem-se diferentes tipos de solos decorrentes da ampla diversidade e fatores relacionados à sua formação. A predominância é de 70% do território de Latossolos, Argissolos e Neossolos, em que as classes de Latossolos e Argissolos ocupam, aproximadamente, 58% da área e são solos profundos, que são altamente intemperizados, ácidos e de baixa fertilidade natural (SANTOS *et al.*, 2018).

A área de estudo, está localizado na região dos Campos Gerais, no estado do Paraná, em que o solo é classificado como arenoso, raso e pobre devido à sua origem a partir de rochas arenitos, que têm sua constituição quartzosa. Com isso, as frações de areia e silte não conseguem disponibilizar carga, resultando em baixa CTC (Capacidade de Troca Catiônica) e, conseqüentemente, baixo armazenamento de nutrientes, águas e matéria orgânica (SÁ, 2007). Tem-se, também, áreas de solos mais férteis originários de rochas sedimentares, que possuem características mais argilosas.

O solo é um dos principais limitadores para o aumento da produtividade no campo. Dessa forma, a análise química do solo e das plantas é um dos instrumentos para a determinação das necessidades de calagem e adubação, bem como do tratamento de áreas com problemas no desenvolvimento de culturas. A utilização das informações disponibilizadas nos relatórios de análises é importante e vem aumentando, com a implementação da agricultura de precisão e construção de histórico das áreas, criação de banco de dados por regiões, curvas de nível e geologia (BASSOI, L. H *et al.*, 2019).

As propriedades biológicas e bioquímicas do solo, tais como atividade enzimática, taxa de respiração, diversidade e biomassa microbiana, são indicadores sensíveis que podem ser utilizados no monitoramento de alterações ambientais

decorrentes do uso agrícola, sendo ferramentas para orientar o planejamento e a avaliação das práticas de manejo utilizadas (FERREIRA *et al.*, 2017).

A prática agrícola é uma das fontes antropogênicas de contaminação do solo. Com o crescimento da população mundial, a demanda de alimentos é cada vez maior, dessa forma, é necessário o desenvolvimento de técnicas de cultivo que visem a produção cada vez maior (ABDULLAHI, 2015). O manejo do solo para atingir a produtividade máxima vai da aplicação intensiva de fertilizantes minerais (N, P e K), lodo de esgoto, dejetos de animais e pesticidas, até análises físico-químicas mais detalhadas que reflitam a realidade de cada talhão, já que os agrotóxicos não são constituídos apenas de elementos e nutrientes necessários para o crescimento das plantas, mas também de contaminantes (ABDULLAHI, 2015).

Para se estabelecer um critério de avaliação da qualidade do solo, indicadores são mensurados, relacionados às qualidades químicas, físicas e biológicas, ou ainda podem ser uma combinação dessas propriedades do solo. A atividade enzimática correlacionada com os teores dos nutrientes disponíveis para o desenvolvimento da cultura são parâmetros utilizados para a avaliação do impacto de manejo nas propriedades do solo (MENDES *et al.*, 2015).

De acordo com Felizardo *et al.* (2019), a quantificação dos teores de nutrientes em sistemas de produção é importante para se realizar o balanço nutricional das plantas, avaliando as entradas desses nutrientes via adubação, e as suas exportações via colheita, sendo um subsídio para a elaboração de histórico da área, com dados se o plantio está aumentando, diminuindo ou conservando os nutrientes em quantidades adequadas para uma boa fertilidade e conservação do solo.

O presente trabalho teve por propósito a avaliação dos teores das enzimas Arilsulfatase e Beta-glicosidade de uma área agrícola na região dos Campos Gerais no Paraná, além da análise físico-química do solo e do tecido vegetal da cultura de milho em desenvolvimento, para a comparação das áreas que apresentaram sintomas visíveis como amarelamento das folhas e redução de tamanho da planta em talhões desiguais, com as áreas de desenvolvimento regular. Fez-se também a comparação dos dados obtidos com os níveis de fertilidade, bem como da avaliação com a legislação vigente e com parâmetros que avaliam a ação antropogênica no solo, de forma a contribuir para elucidar possíveis causas para diferença de produtividade encontrada na área de estudo.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar as características químicas, físicas e a atividade enzimática do solo, as características químicas do tecido vegetal por meio de análises laboratoriais.

2.2 Objetivos específicos

- Aplicar técnicas analíticas de laboratório para mensuração de características físico-químicas e atividade enzimática de amostras de solos e características químicas do tecido vegetal da cultura de milho;

- Realizar estudo estatístico utilizando ferramentas quimiométricas, a fim de classificar a qualidade e fertilidade dos solos utilizada para o cultivo de milho;

- Comparar os resultados analíticos da área com desenvolvimento irregular, que apresentavam sintomas aparentes na cultura com a área considerada saudável, a fim de determinar possíveis causas para a diferença de produtividade entre as áreas analisadas;

- Comparar os resultados analíticos obtidos com valores de referência de descritos na legislação vigente e referências da área de fertilidade agrícola;

- Avaliar as condições ambientais da área em estudo a partir de indicadores biológicos e de contaminantes (elementos potencialmente tóxicos).

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Caracterização do solo nos Campos Gerais do Paraná

Os Campos Gerais do Paraná são a região localizada no centro-leste do estado do Paraná, no Brasil, com sua maior parte inserida no Segundo Planalto Paranaense, acompanhando os limites da Escarpa Devoniana. A expressão "Campos Gerais do Paraná" foi consagrada por Reinhard Maack (1948), que a definiu, originalmente, como uma zona fitogeográfica natural, com campos limpos e campos cerrados, matas galerias ou capões isolados de floresta ombrófila mista (MELO *et al.*, 2007).

As classes de solo do Paraná, descrito no Quadro 1, com informações sobre as qualidades e limitações ao uso agrícola e os significados do ponto de vista ambiental e urbano, de acordo com Bhering e Santos (2008), evidenciam a diversidade de solos da região, parte deles destinado ao desenvolvimento agropecuário, destacando-se como um dos estados de maior produção agrícola do país, condição importante para a avaliação de potenciais e limitações de cada área, assim com a sustentabilidade relacionada diretamente às práticas de cultivo e conservação das áreas de preservação.

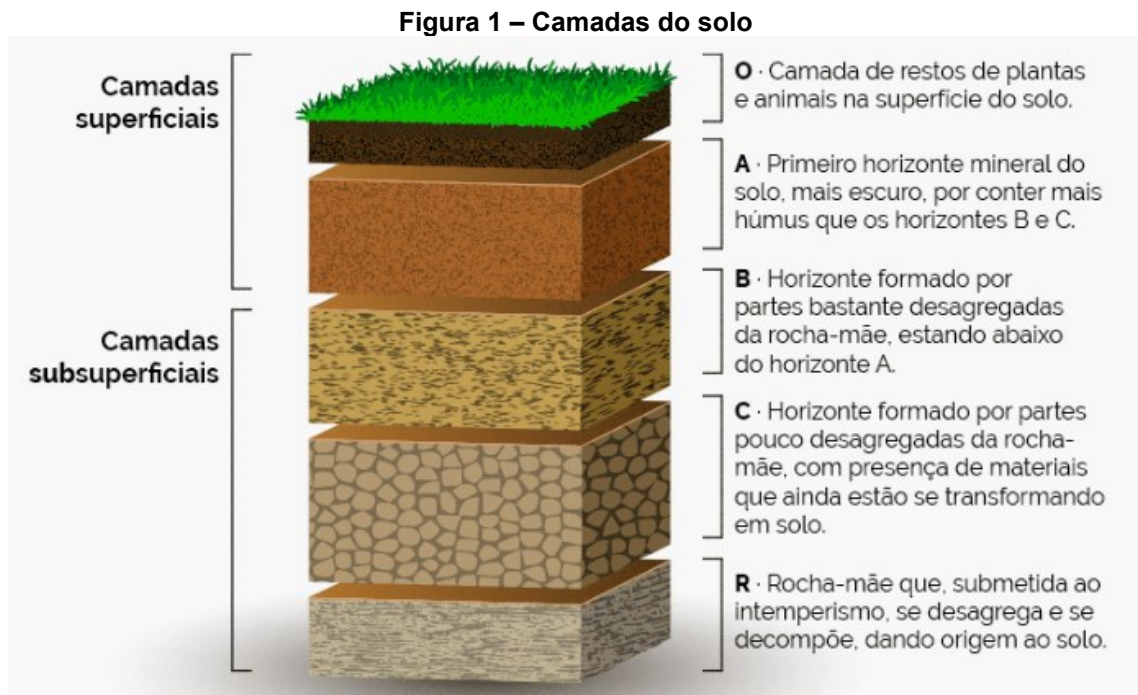
Quadro 1 – Ocorrência de classes de solos no estado do Paraná

Classe (ordem)	Termos de conotação ou Memorização	Principais regiões de ocorrência no Paraná	Área total (%)
Latossolos	Solos velhos (muito alterados em relação à rocha de origem), profundos, com grande desenvolvimento do horizonte B.	Em todas as regiões, sendo pouco frequente no litoral do Paraná.	30,76
Neossolos	Solos com horizonte B incipiente e em estágio inicial de formação	Em todas as regiões do estado, principalmente nas áreas mais declivosas. É menos comum no noroeste do Paraná.	22,22
Argissolos	Solos com acumulação de argila no horizonte B.	Em todas as regiões do Paraná, com exceção das áreas de solos formados de basaltos (sudoeste, oeste e norte do Paraná).	15,53
Nitossolos	Solos com agregados do horizonte B com superfícies brilhantes.	Principalmente nas regiões de solos formados de basaltos (sudoeste, oeste e norte do Paraná).	15,18

Cambissolos	Solos que possuem horizonte B em estágio inicial de formação.	Principalmente no sul e leste do Paraná.	10,63
Gleissolos	Solos com cores acinzentadas.	Ocorrem predominantemente nas áreas de várzeas (banhados) no estado do Paraná.	1,17
Organossolos	Solos com altos teores de matéria orgânica.	Ocorrem predominantemente nas áreas de várzeas (banhados) e nas áreas Altomontanas das serras no estado do Paraná.	0,50
Espodossolos	Solos muito arenosos com acúmulo de matéria orgânica e compostos de ferro e alumínio no horizonte B	Ocorrem somente no litoral do Paraná.	0,42

Fonte: Bhering; Santos (2008).

O termo horizonte B, descrito no Quadro 1, está relacionado às diferenças significativas na textura (proporção de argila, silte e areia) entre os horizontes superficiais (A ou E) e subsuperficiais (B). Na classificação de solos, é adotado um critério que define quando essa diferença é significativa, caso em que é chamada de mudança textural abrupta (FINKLER *et al.*, 2018). Os horizontes são representados pelas letras H ou O, A, E, B e C, como exposto na Figura 1, em sentido vertical da superfície em direção ao material de origem. As camadas, no decorrer do horizonte, são pouco ou nada afetadas pelos processos pedológicos (EMBRAPA, 2006).

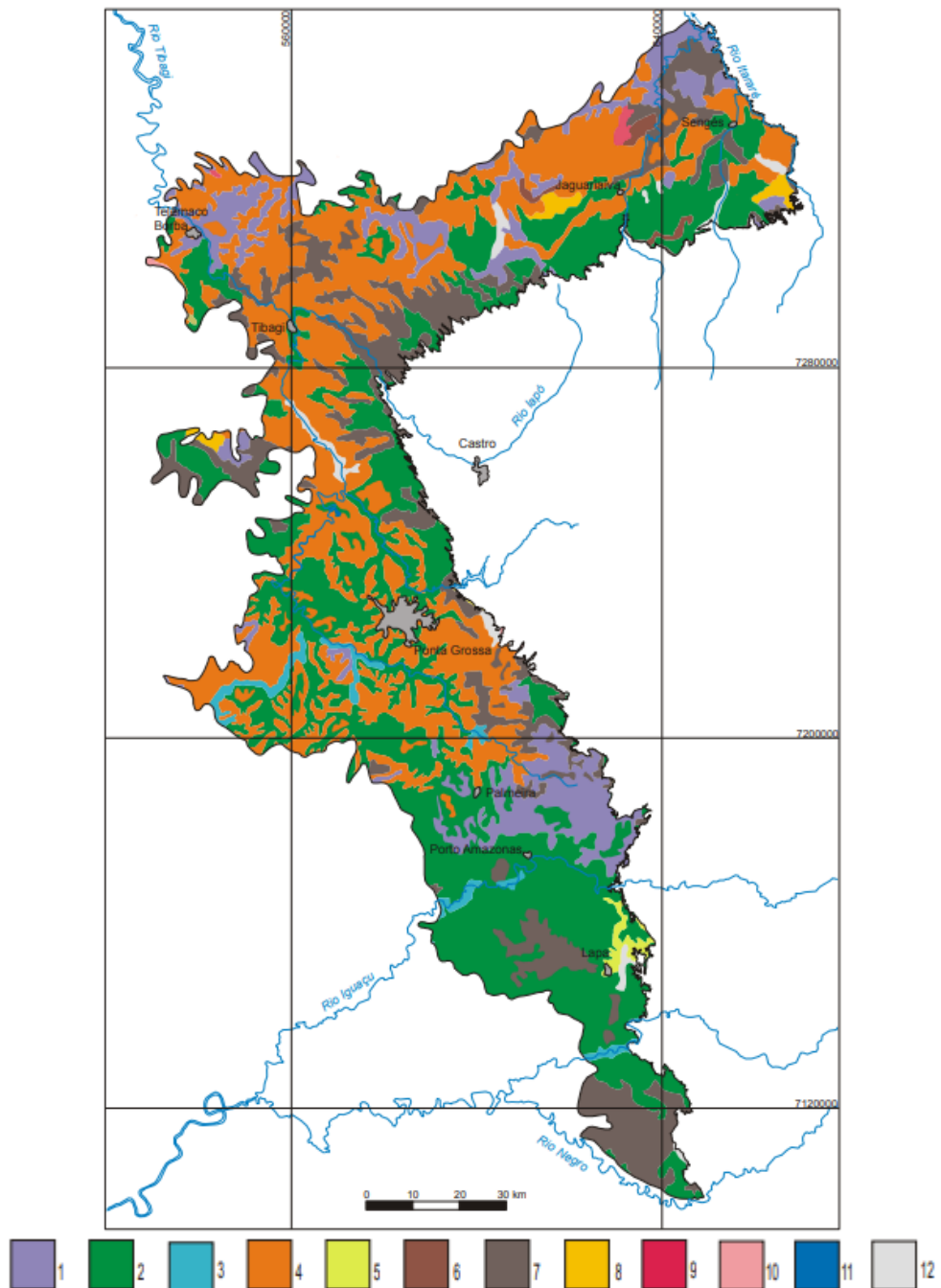


Fonte: Embrapa (2006).

A classificação pedológica nacional, do SiBCS, consiste numa adaptação de um antigo sistema americano com atualização de critérios, conceitos e a criação de classes novas. Devido à grande faixa territorial ocupada pelo Brasil, as classes de solos foram descritas a partir da avaliação de dados morfológicos, físicos, químicos e mineralógicos, além de informações ambientais do local, como clima, vegetação, relevo, material originário, condições hídricas, características externas ao solo e relações solo-paisagem (SANTOS *et al.*, 2018).

Na Figura 2 tem-se o as principais classes dos solos dos Campos Gerais, a identificação e a subdivisão das classes dos solos são realizadas com base os horizontes diagnósticos, os atributos pedogênicos, a saturação por bases, classe textural, tipo de horizonte A e as características das classes de relevo (SÁ, 2007).

Figura 2 – Principais classes de solos da região dos Campos Gerais



Nota: 1: argissolo vermelho-amarelo; 2: cambissolo; 3: gleissolo; 4: latossolo vermelho distrófico; 5: latossolo vermelho-amarelo; 6: latossolo vermelho férrico; 7: neossolo litólico; 8: neossolo quartzarênico; 9: nitossolo vermelho; 10: nitossolo háplico; 11: organossolo; 12: afloramento de rocha.

Fonte: Sá (2007).

3.2 Área de estudo

O município de Castro, localizado nos Campos Gerais do Paraná, em sua quase totalidade, está situado no Primeiro Planalto, onde predominam rochas graníticas porfíricas. Os solos são predominantemente argilosos, profundos, ácidos,

com pequena variação de textura, coloração predominantemente avermelhada ou brunada e com horizonte superficial espesso, com altos teores de matéria orgânica (FASOLO *et al.*, 2002).

A área de estudo está localizada entre o latossolo vermelho e cambissolo, áreas laranja e verde, respectivamente na Figura 2. A agricultura, pecuária de leite e de corte, suinocultura, avicultura e a extração de minérios são as atividades econômicas fundamentais do município.

3.3 Análises físico-químicas em amostras de solo

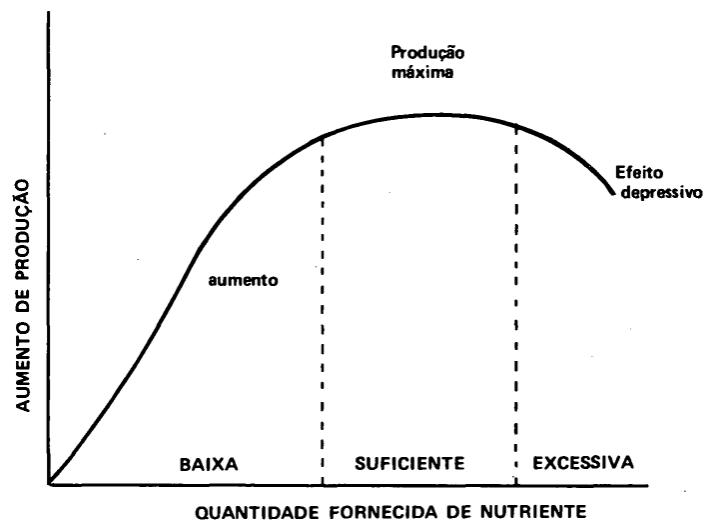
Os solos da região dos Campos Gerais, na sua maior parte não apresentam condições químicas naturais adequadas para sustentar um bom desenvolvimento de culturas agrícolas e mesmo que possuísse fertilidade adequada, com o tempo as sucessivas culturas iriam exauri-lo.

A análise dos solos é o procedimento adotado, entre safras para avaliação da capacidade de um determinado solo de suprir os nutrientes necessários para o desenvolvimento das plantas. O processo de análise de solos pode ser dividido em três etapas: amostragem do solo, análise em laboratório e interpretação dos resultados (FURTINI NETO *et al.*, 2001).

Segundo a Embrapa, 2015, a análise de solo para fins de recomendação de fertilizantes é um processo no qual são utilizados métodos analíticos para estimar a disponibilidade de nutrientes, simulando a capacidade de extração das raízes, ou seja, correlaciona as quantidades do nutriente extraídas do solo e as quantidades do nutriente que estarão disponíveis para serem absorvidas pelas plantas.

A curva de resposta, apresentada na Figura 3, é um modelo obtido experimentalmente, em condições em que outros fatores limitantes são minimizados, o que não ocorre numa área de manejo real, porém pode demonstrar o comportamento de uma cultura agrícola durante o desenvolvimento e necessidades reais para avaliação e escolha correta do plano de cultivo com a utilização mínima de adubação e máxima produtividade, considerando a preservação do solo e os custos de operação de máquinas, mão de obra e possíveis interferentes.

Figura 3 – Curva de resposta modelo



Fonte: Raj et al. (2001).

A figura da curva resposta exemplifica diversas situações encontradas em áreas agrícolas, em que se tem altos níveis de nutriente, mas que quando em excesso, têm efeito depressivo, causando duplo prejuízo, o do gasto com o nutriente e o da perda de produção ou o contrário, o baixo fornecimento de nutrientes que ocasiona a baixa produtividade, empobrecimento e desgaste do solo.

3.3.1 pH em Cloreto de cálcio (CaCl_2)

O pH corresponde à atividade do íon H^+ na solução do solo, ou seja, ao hidrogênio dissociado existente em solução, em equilíbrio com a acidez em fase sólida. A determinação é feita por meio de leitura direta de eletrodo em contato com a suspensão de solo e medida com potenciômetro ou medidor de pH. A determinação, comumente utilizada para análise do solo, é feita em suspensão de solo em água ou em solução de cloreto de cálcio (TEIXEIRA *et al.*, 2017).

De acordo com RAIJ *et al.* (2001), o valor de pH determinado em solução $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ de CaCl_2 é, em média, 0,6 unidade menor do que o pH determinado diretamente em água. Sendo assim, comumente, o pH é lido em solução de CaCl_2 $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, que permite a posterior leitura da acidez do solo, estimada a partir da solução-tampão SMP que é adicionada após determinação do pH, possibilitando a avaliação da necessidade de calagem do solo em análise.

3.3.2 Acidez (Hidrogênio + alumínio)

A acidez total do solo é formada de duas partes distintas; a trocável, representada por íons Al^{3+} , e a residual, representada pelo H (hidrogênio) não dissociado. A acidez total é extraída do solo por meio de solução de acetato de cálcio 1 mol L^{-1} em pH 7, solução tamponada que remove o Al^{3+} e o H (hidrogênio) não dissociado do solo (RAIJ *et al.*, 2001).

O método comumente utilizado é o de tampão SMP, que é usado para estimar a acidez total solo, uma que é calibrado por meio da correlação entre os valores de pH de solos no tampão SMP e a acidez total dos solos determinada pelo método do acetato de cálcio.

Segundo SOBRAL *et al.* (2015), quanto mais baixo for o resultado do pH SMP, mais alto é o H+Al. A acidez total é utilizada para o cálculo da capacidade de troca catiônica e da saturação por bases. Na análise de rotina, determina-se o pH em uma suspensão de solo em solução de cloreto de cálcio e, em seguida, adiciona-se a solução tampão SMP e lê-se novamente o pH de equilíbrio da suspensão, denominado pH SMP, que permite a estimativa de H + Al.

3.3.3 Alumínio

A presença de alumínio é um dos fatores que causam problemas de toxicidade em solos que apresentam valores de pH abaixo de 5, constituindo um fator limitante ao crescimento das plantas (ECHART; CAVALLI-MOLINA, 2001). Já em solos com o pH em torno de 5,2 a 5,3 o alumínio trocável está, quase na sua totalidade, insolubilizado, não resultando em danos às raízes das plantas (SOBRAL *et al.*, 2015).

De acordo com RAIJ *et al.* (2001), as ligações entre os cátions trocáveis (K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} e Al^{3+}) e os sítios de troca presentes no solo possuem caráter predominantemente eletrostático. Com isso, tem-se a facilidade de extração desses compostos por mecanismo de troca iônica com os cátions da solução extratora, tanto para solução de NH_4Cl 1 mol L^{-1} quanto para a de KCl 1 mol L^{-1} . A solução de KCl é empregada, no Brasil, para a determinação da acidez trocável, constituída principalmente de Al^{3+} .

O alumínio em solução ácida ocorre, principalmente, como cátion trivalente, Al^{3+} , ele é consequência da acidez do solo que, sendo muito elevada, dissolve o

alumínio de compostos insolúveis. O Al^{3+} em solução é um cátion ácido e pode ser titulado com solução de hidróxido de sódio. A reação de interesse é: $\text{Al}^{3+} + 3\text{OH} \leftrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3$.

3.3.4 Matéria orgânica

A matéria orgânica do solo é fonte de nutrientes, como enxofre, fósforo e nitrogênio, e de energia disponível para as plantas, formada por compostos químicos que se encontram em diferentes fases de decomposição e que, devido a essa natureza transitória, é continuamente renovada com a adição de resíduos vegetais e animais ao solo (FERRAZ NETO, 2015). A determinação da matéria orgânica em solos baseia-se na sua oxidação a dióxido de carbono (CO_2) por íons dicromato, em meio fortemente ácido, com a medida diretamente da quantidade de íons Cr (III) por colorimetria, medindo-se a intensidade da cor esverdeada produzida por esses íons em solução (RAIJ *et al.*, 2001).

3.3.5 Macronutrientes (Fósforo, Magnésio, Potássio e Cálcio – Resina)

Os elementos disponíveis no solo podem ser classificados em macronutrientes primários: nitrogênio (N), fósforo (P) e potássio (K), e secundários: enxofre (S), cálcio (Ca) e magnésio (Mg). Também são encontrados micronutrientes, como boro (B), cloro (Cl), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), molibdênio (Mo) e zinco (Zn), além de carbono, (C), hidrogênio (H) e oxigênio (O_2), que desempenham funções para o desenvolvimento das plantas. A deficiência de apenas um deles pode prejudicar o desenvolvimento normal das culturas e, conseqüentemente, sua produção (BATISTA *et al.*, 2018).

A metodologia de resina, proposta por RAIJ *et al.* (2001), leva em consideração que o solo é um trocador de íons. Assim, a extração de seus nutrientes (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ e H_2PO_4^-) pode ser realizada com o uso de resinas de troca iônica que simulam a ação das plantas, sendo favorável, principalmente, no caso do fósforo, pois avalia apenas a quantidade desse elemento que se encontra disponível para as plantas, podendo-se avaliar os níveis necessários de adubação.

Para a determinação do teor de fósforo, o processo de extração dos macronutrientes via resina permite a avaliação do chamado fósforo lábil por

dissolução gradativa de compostos fosfatados da fase sólida do solo e transferência de íons orto-fosfato para a resina de troca iônica. Além disso, como a extração é feita com uma mistura de resinas de troca catiônica e aniônica, saturadas de bicarbonato de sódio, ocorre, também, a extração dos cátions trocáveis, que se transferem, em grande parte, do solo para a resina, principalmente se os teores não forem muito altos. O método mais usado para a quantificação de fósforo em extrato de solos é o azul de molibdênio, por sua sensibilidade e estabilidade durante a análise (RAIJ *et al.*, 2001).

Em relação ao cálcio e magnésio no solo, deve-se ter uma preocupação quanto a sua disponibilidade, assim sendo, a quantificação desses macronutrientes secundários é extremamente importante, pois estão relacionados à acidez do solo. A quantidade de cálcio, na maioria das vezes, é muito mais abundante do que a quantidade de magnésio. Já o potássio é o segundo elemento requerido em quantidade pelas plantas e o cátion, mais abundante no tecido vegetal, ele não possui função estrutural, mas desempenha funções fisiológicas importantes. A leitura do teor de cálcio, potássio e magnésio é realizada via espectrofotômetro de absorção atômica (BATISTA *et al.*, 2018).

3.3.6 Enxofre

O enxofre encontra-se nas formas orgânicas e inorgânicas que podem ser metabolizadas rapidamente no solo, sendo que a maior reserva de enxofre está na forma orgânica (ALEXANDER, 1977). Ele desempenha função no metabolismo das plantas, fazendo parte da estrutura de aminoácidos essenciais, da clorofila, enzimas e coenzimas (TEIXEIRA, 2004).

O sulfato ($S-SO_4^2$) representa a maior fração do enxofre inorgânico nos solos, em geral, prontamente disponível às plantas. O método analítico baseia-se na extração de sulfato de amostras de solo por uma solução de fosfato de cálcio e a quantificação é feita por turbidimetria, provocada pela presença de cloreto de bário (RAIJ *et al.*, 2001).

3.3.7 Boro

Assim como os outros elementos já abordados, o boro também pode ocorrer no solo, na forma de compostos inorgânicos e orgânicos. Os compostos de boratos

ou borossilicatos liberam o boro e os vegetais o absorvem na forma de ácido bórico. Ele atua no metabolismo de carboidratos e transportes de açúcares através de membranas, na formação da parede celular, na divisão celular e no movimento da seiva (CATANI *et al.*, 1971). A quantificação de boro no solo se dá em solução de cloreto de bário com o aquecimento sob refluxo pelo aquecimento assistido por micro-ondas e a determinação ocorre por espectrometria de emissão ótica em plasma (ICP-OES) (RAIJ *et al.*, 2001).

3.3.8 Cobre, Ferro, Zinco e Manganês

Segundo Finkler *et al.* (2018), os micronutrientes no solo estão relacionados aos processos essenciais das plantas. O cobre, o ferro e o molibdênio estão ligados ao sistema enzimático, que produz as reações de oxidação e redução nos vegetais.

O zinco e o manganês também funcionam no sistema de enzimas necessário para as importantes reações do metabolismo vegetal. O extrator utilizado com os micronutrientes é a solução do complexante DTPA e a determinação ocorre via espectrometria de emissão ótica em plasma (ICP-OES) (RAIJ *et al.*, 2001).

3.3.9 Textura

A textura diz respeito à proporção dos componentes sólidos do solo em relação ao tamanho das partículas. Ela está diretamente relacionada à fertilidade do solo, bem como ao comportamento da água no solo e a classificação taxonômica, e permite o entendimento de processos pedogenéticos que atuam em determinada área, considerando a topografia da paisagem (CAMPOS *et al.*, 2007).

A Sociedade Brasileira de Ciência do Solo define quatro classes, de tamanho de partículas menores do que 2 mm, usadas para a definição de textura dos solos: areia grossa, de 2 a 0,2 mm; areia fina, de 0,2 a 0,05 mm; silte, de 0,05 a 0,002 mm e argila, menor do que 2 μm (EMBRAPA, 1997).

O método de análise de pipeta, segundo o manual de métodos da EMBRAPA (1997), leva em consideração a velocidade de queda das partículas que compõem o solo. Se pré-determina o tempo para o deslocamento vertical na suspensão do solo com água após a adição de um dispersante e se realiza a pipetagem do volume da suspensão, para determinação da argila. Já as frações de areia fina e grossa são

separadas por tamisação, o silte corresponde ao complemento dos percentuais para 100%.

3.3.10 Elementos potencialmente tóxicos

Os elementos potencialmente tóxicos no solo podem ser resultado do uso de fertilizantes, corretivos e agrotóxicos, além do depósito de lixo contaminado. São elementos que permanecem no solo por um tempo indefinido e em concentrações altas podem acarretar risco à saúde humana ou animal ao entrarem na cadeia alimentar, ou ao serem levados, por decorrência de chuvas, para as águas superficiais ou, ainda, lixiviados para a água subterrânea (FILIZOLA *et al.*, 2006). Segundo Tavares (2013), o termo metal pesado é aplicado a um grupo heterogêneo de elementos químicos, que possuem peso específico maior do que 6 g.cm^{-3} ou número atômico maior do que 20.

O Conselho Nacional do Meio Ambiente (Conama), do Ministério do Meio Ambiente, publicou diretrizes, critérios e valores orientadores de qualidade do solo referente à presença de substâncias químicas em decorrência de atividades antrópicas por meio da resolução nº420 de 2009, de acordo com Braun *et al.*, 2020, foi a primeira norma brasileira a estabelecer essas diretrizes para prevenção e gestão de áreas contaminadas.

As metodologias para análise de metais pesados devem ser sensíveis para alcançar os limites de quantificações estipulados por legislações, os mais comuns utilizam a digestão de amostras com a combinações de diferentes ácidos inorgânicos e elevadas temperaturas, podendo ser em sistemas abertos, utilizando blocos digestores ou fechados sob pressão, com o uso de fornos de micro-ondas, como os métodos da USEPA, publicados pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos (Environmental Protection Agency, EPA) (USEPA, 2007).

3.3.11 Sódio

O sódio encontra-se nos solos apenas em estado combinado, predominantemente em forma de sais, relacionado diretamente às características mineralógicas, físicas e químicas do solo a qualidade da água em equilíbrio com a fase sólida do solo e associado à dispersão da argila do solo sendo as principais a

relação de adsorção de sódio (RAS) e a condutividade elétrica (CE) (MATOS *et al.*, 2014).

A determinação da concentração de sódio é essencial devido às alterações causadas por esse sal nas propriedades do solo. Os efluentes, quando utilizados na adubação orgânica, ou insumos que possuem altas concentrações desse elemento na sua composição pode gerar um incremento da sodicidade no solo (BALKS *et al.*, 1998) e além dos efeitos sobre os solos, a salinidade também pode trazer efeitos negativos para as plantas.

3.3.12 Condutividade elétrica

De acordo com Molin e Rabello (2011), a condutividade elétrica do solo (CE) tem sido utilizada como um indicador no monitoramento de características do solo, como salinidade, textura, estratificação, umidade, densidade, matéria orgânica e derivados, CTC, lixiviação, partição de doses de herbicidas, definição de bordas em classificação de solos, classes de drenagem, recarga de lençol freático, entre outras aplicações.

Uma das primeiras aplicações foi a de medir a salinidade do solo, que se refere à presença de solutos inorgânicos dissolvidos em sua na fase aquosa, com efeitos visíveis na redução do crescimento da planta, redução da produção e quebra da safra, limitação na captação da água pela planta e redução do potencial osmótico (RABELLO, 2009).

3.3.13 Análise enzimática

Os microrganismos, juntamente com a fauna (micro, meso e macro) e as raízes das plantas, constituem a fração viva da matéria orgânica do solo e podem ser utilizados como indicadores biológicos ou bioindicadores, uma vez que estão intimamente relacionados ao funcionamento do solo, apresentando uma estreita inter-relação com os componentes físicos e químicos (MENDES *et al.*, 2012).

As enzimas são catalisadores metabólicos que permitem a ocorrência de inúmeras reações bioquímicas no solo e a manutenção da vida por meio da redução da energia de ativação, sem alterar o resultado da reação. Elas estão presentes em todos os seres vivos, desde os microrganismos até os animais e as plantas, e são os

agentes mediadores da decomposição da matéria orgânica do solo (TABATABAI, 1994).

A atividade enzimática do solo é o resultado do somatório da atividade enzimática dos organismos vivos (plantas, microrganismos e animais) e das enzimas abiômicas (enzimas associadas à fração não-viva) que se acumulam no solo protegidas da ação de proteases através da adsorção em partículas de argila e na matéria orgânica do solo (MENDES *et al.*, 2015).

A β -glicosidase está presente na maioria dos solos (TABATABAI, 1994). É um composto orgânico encontrado nas plantas, fungos e bactérias que catalisa a reação de hidrólise dos resíduos de celobiose, gerando moléculas de glicose, fonte energética essencial para o desenvolvimento de microrganismos do solo. Ela está associada ao ciclo do carbono, nutriente fundamental e exigido, em altas quantidades, para o desenvolvimento das plantas.

Já a arilsulfatase, segundo McGuill e Cole (1981), está relacionada ao ciclo de enxofre no solo. A reação de liberação do enxofre a partir de ésteres sulfatados ocorre devido à hidrólise promovida por essa enzima e a sua concentração é associada à quantidade de carbono orgânico no solo.

A atividade dos microrganismos no solo afeta diretamente os atributos químicos e físicos disponíveis para o desenvolvimento da cultura, o trabalho de Lopes (2012), relatou a atividade da enzima β -glicosidase, como potencial para utilização em laboratórios comerciais de análise de solo devido a resposta à ciclagem de carbono orgânico, para avaliar impactos de manejo do solo e possíveis estratégias para melhorar produtividade de forma sustentável.

3.4 Análises químicas em amostras de tecido vegetal

A análise química do tecido vegetal consiste na determinação de teores dos elementos (macro e micronutrientes), principalmente das folhas, com o intuito de diagnosticar o estado nutricional em que a planta se encontra no determinado estágio de coleta. A análise foliar, na avaliação nutricional das plantas, pode revelar deficiências ou excessos de um ou mais nutrientes, permitindo que sejam realizadas as correções durante o desenvolvimento da cultura, evitando o comprometimento da produtividade e da qualidade dos produtos agrícolas (CARMO *et al.*, 2000).

Plantas cultivadas com altas concentrações de elementos tóxicos podem oferecer risco de contaminação a toda cadeia produtiva. As fontes dessa toxicidade podem ser oriundas de fertilizantes contaminados, defensivos e do próprio solo, sendo que esses elementos se acumulam em tecidos, como um reservatório nocivo, ocasionando a contaminação de animais e seres humanos (MARTINS *et al.*, 2003).

Diferente da metodologia aplicada nas análises de solos, o teor na planta se refere ao teor total de cada nutriente, trata-se de uma ferramenta importante para o manejo nutricional das culturas, auxiliando no diagnóstico da fertilidade do solo, podendo dar algum suporte na recomendação de fertilizantes (EMBRAPA, 2009).

De acordo com Coelho (2006), a cultura de milho apresenta períodos diferentes de intensa absorção de nutrientes, com o primeiro durante a fase de desenvolvimento vegetativo, em que se tem o número potencial de grãos sendo definido e, o segundo, durante a fase reprodutiva ou formação da espiga.

3.5 Instrumentação analítica

As técnicas e métodos de análise são fundamentais para o atendimento das legislações reguladoras de mercado e ambientais, para garantir a qualidade das matérias-primas, produtos e os processos. Além disso, viabiliza o desenvolvimento de novos produtos e materiais e a busca contínua por técnicas mais seletivas, versáteis, econômicas e robustas (MATOS, 2015).

De acordo com Matos (2015), os métodos analíticos são divididos em clássicos ou instrumentais. Os clássicos são gravimétricos e volumétricos, eles determinam a massa do analito ou de algum composto quimicamente a ele relacionado, ou ainda medem o volume da solução contendo reagente em quantidade suficiente para reagir com todo analito presente. Já os instrumentais consistem na medida das propriedades físicas do analito, tais como condutividade, potencial de eletrodo, absorção ou emissão de luz, razão massa/carga e fluorescência.

3.5.1 Potenciometria

A análise química que se baseia na medida da diferença de potencial entre dois eletrodos em contato com a solução do analito. O potencial do eletrodo indicador varia de acordo com a concentração da espécie química de interesse, enquanto o potencial

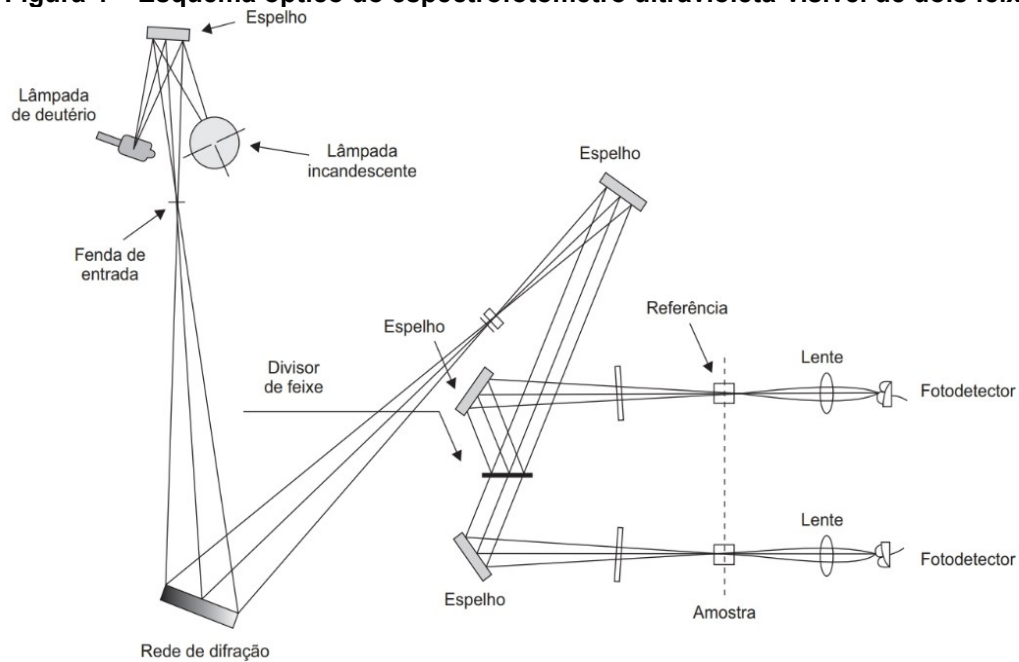
do eletrodo de referência permanece constante, com o uso de eletrodos como sensores, geralmente em contato direto com o analito, ou, ainda, fontes elétricas e outras são acopladas a sistemas de titulação automática. As medições das propriedades elétricas, tais como diferença de potencial (d.d.p. ou força eletromotriz), carga, corrente e condutância, são relativamente simples, o que torna a instrumentação mais barata, quando comparada a outras técnicas instrumentais.

O pHmetro, utilizado para leitura de pH, é um milivoltímetro eletrônico, com função de calibração com soluções-padrão e de ajuste de temperatura (medidor de temperatura embutido e ajuste automático) (ARAÚJO FILHO, 2021). A condutometria (ou condutimetria) é uma técnica analítica baseada na medição da condutividade elétrica das soluções eletrolíticas que depende da concentração e das características dos íons presentes na solução, além das condições do meio, como viscosidade, constante dielétrica e temperatura (ARAÚJO FILHO, 2021).

3.5.2 Espectrofotometria UV/VIS

O espectrofotômetro UV-VIS é utilizado para a análise de compostos orgânicos e inorgânicos. O sistema de leitura da amostra ocorre por meio da incidência de um feixe de luz na amostra, que, por sua vez, separa a luz refletida de acordo com o comprimento de onda, medindo a quantidade de luz recebida, conforme esquema descrito na Figura 4:

Figura 4 – Esquema óptico do espectrofotômetro ultravioleta-visível de dois feixes



Fonte: Lira (2014).

De acordo com Perkampus (1992), a espectrofotometria está fundamentada na lei de Lambert-Beer, base matemática para as medidas de absorção de radiação por amostras no estado sólido, líquido ou gasoso, nas regiões do ultravioleta, visível e infravermelho do espectro eletromagnético. O cálculo da absorção de radiação de uma amostra, em determinado comprimento de onda, dá-se pela fórmula abaixo.

$$A = \log \frac{I_0}{I} \epsilon bc \quad \text{Equação 1}$$

Em que A é a absorbância, I_0 intensidade da radiação monocromática que incide na amostra e I é a intensidade da radiação que emerge da amostra. A absorvidade molar (ϵ) é uma grandeza característica da espécie absorvente, cuja magnitude depende do comprimento de onda da radiação incidente. O termo c é a concentração da espécie absorvente e b, a distância percorrida pelo feixe através da amostra.

A técnica de espectrofotometria é reconhecida pelas vantagens relacionadas ao seu uso para a identificação de grupos funcionais na molécula e para a determinação quantitativa de compostos contendo grupos absorventes ou cromóforos. Ela possui baixo custo operacional, sendo de fácil utilização, e produz resultados de interpretação simples (ALVES *et al.*, 2010).

3.5.3 Espectrometrias de Absorção e Emissão Atômica

Na espectroscopia atômica, a amostra em estudo é decomposta em átomos por meio de uma chama, de um forno ou de um plasma. A concentração atômica é determinada pela medida da absorção ou da emissão de radiação em determinados comprimentos de onda característicos de cada elemento. A espectrometria de absorção atômica (AAS) é uma técnica analítica que possibilita determinar a concentração de um elemento a partir do princípio de que seus átomos livres, em estado fundamental, absorvem radiação eletromagnética em um comprimento de onda específico (FERNÁNDEZ *et al.*, 2018).

Os íons que estão presentes na solução da amostra são injetados em um ambiente com alta disponibilidade de energia (chama ou plasma) para a conversão em átomos no estado fundamental (ou íons). Esses átomos (ou íons) são capazes de absorver energia cinética através do seu choque com espécies que se movem em alta velocidade, sendo levados ao estado excitado. Os dois estados (fundamental e excitado) coexistem em uma condição de equilíbrio, que é dependente da temperatura, em que $X + \text{energia} \leftrightarrow X^*$ (ARAÚJO FILHO, 2021).

Segundo Matos (2015), os espectrômetros de absorção atômica são compostos, basicamente, por fonte de radiação, atomizador, monocromador, detector e processador. No caso da espectrometria de absorção atômica de chama, a atomização, ou seja, a geração de átomos gasosos no estado fundamental é alcançada por meio de uma chama FAAS (Flame Atomic Absorption Spectrometry), que é constituída de uma mistura gasosa ar-acetileno, cuja temperatura máxima é 2.250 °C ou uma mistura óxido nitroso-acetileno, com temperatura máxima de 2.850 °C. A fonte de radiação (lâmpada de cátodo oco) é específica para cada elemento, apenas um pode ser determinado por vez, sendo essa a maior limitação da técnica.

Na técnica de emissão atômica, os átomos ou íons em estado gasoso, quando excitados termicamente ou eletricamente, não permanecem nesse estado instável e quando retornam para seu estado de energia mais estável, liberam a energia na forma de radiação em determinado comprimento de onda. A emissão por plasma oferece muitas vantagens quando comparadas à por chama. Uma delas é a baixa interferência química, que é uma consequência direta de suas altas temperaturas. Outra é a qualidade dos espectros de emissão para a maioria dos elementos em um único conjunto de condições de excitação, permitindo a análise multielementar.

O ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*), Espectroscopia de Emissão Atômica por Plasma Acoplado Indutivamente, é uma das ferramentas mais populares utilizadas para a determinação de elementos e traços em diversos tipos de amostras. Nele, o plasma é um gás parcialmente ionizado, coexistindo elétrons livres e íons positivos em movimento, em um processo em que ocorre transferência de energia por radiação, condução e aquecimento que atingem temperaturas de até 10.000 K (GINÉ-ROSIAS, 1998).

A amostra é introduzida no espectrômetro de emissão óptica com plasma de argônio na forma líquida e é convertida em aerossol, processo chamado nebulização. Ela é transportada até o plasma, onde ocorre o processo de dessolvatação, vaporização, atomização e excitação e/ou ionização. Os átomos excitados e/ou ionizados emitem uma radiação característica (BOSS; FREDEEN, 2004). As técnicas de espectrometria são bastantes robustas, porém demandam custos para aquisição dos equipamentos, manutenção e substituição de consumíveis, além da necessidade de mão de obra especializada.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Localização da área de estudo

As amostras utilizadas para o desenvolvimento do trabalho foram coletadas de uma propriedade agrícola particular, localizada na cidade de Castro, no Paraná, na propriedade Chácara Emília, devido ao cenário apresentado na safra de milho de 2020-2021, com irregularidades de desenvolvimento da cultura.

Após apontar as possíveis causas e efeitos que determinam a variabilidade na produtividade da cultura, foi necessário intervir de maneira localizada, a fim de eliminar ou amenizar tais limitantes para continuidade da cultura e avaliação da área para as próximas.

Foram amostradas partes dos talhões de solos e de tecido vegetal de milho que foram classificados em área “Boa” (área com desenvolvimento considerado normal para cultura de milho) e “Sintoma” (área com plantas afetadas na parte aérea, com tamanho reduzido e com amarelecimento em relação à mesma área com plantas saudáveis sem sintomas visíveis).

As coordenadas da localização das amostras coletadas foram:

- Amostra Sintoma 1: 24°84'24.48" de latitude sul e 49°90'41.59" de longitude oeste;
- Amostra Boa 1: 24°84'33.11" de latitude sul e 49°90'41.29" de longitude oeste;
- Amostra Sintoma 2: 24°84'26.64" de latitude sul e 49°90'25.68" de longitude oeste;
- Amostra Boa 2: 24°84'21.57" de latitude sul e 49°90'22.72" de longitude oeste;
- Amostra Sintoma 3: 24°84'53.99" de latitude sul e 49°90'13.14" de longitude oeste;
- Amostra Boa 3: 24°84'56.04" de latitude sul e 49°90'16.87" de longitude oeste.

As coletas foram realizadas em três pontos diferentes, para as amostras de solos, coletou-se nas profundidades de: 0-10 cm para análise enzimática e físico-química; 10-20 e 20-40 cm para análises de físico-química. Para tecido vegetal

coletou-se a parte da planta acima da raiz, todas as amostras foram identificadas e encaminhadas ao laboratório.

4.2 Preparo das amostras

O preparo das amostras de solos e de plantas foi realizado no Laboratório de análises físico-químicas da Fundação ABC, localizado em Castro/PR. As amostras de solos foram secas em estufa com circulação de ar, Marconi, à 40 °C, por 48 horas, após a secagem, as amostras foram passadas em moinho de martelo Marconi, peneiradas a 2 milímetros e seguiram para as análises físico-químicas e biológica, descritas na Tabela 1.

As análises químicas de solos seguiram metodologias do IAC (Instituto Agrônomo de Campinas), proposto por Raij *et al.* (2001), descritas no decorrer do texto e validadas internamente pelo laboratório de acordo com a norma ISO 17025.

As amostras foram examinadas em unicata para análise físico-química e duplicata para análise enzimática, cada amostra foi cachimbada/pesada e adicionada à solução de extração, conforme descrito na Tabela 1.

Tabela 1 – Análises nas amostras de solo

<i>Análise</i>	<i>Volume/peso</i>	<i>Extrator</i>
pH	10 cm ³	25 mL de solução cloreto de cálcio 0,01 molL ⁻¹
Matéria orgânica	0,5 cm ³	5 mL de solução de dicromato de sódio 0,667 molL ⁻¹ em ácido sulfúrico 5 molL ⁻¹ + 25 mL de H ₂ O
Alumínio	5 cm ³	50 mL de solução de cloreto de potássio 1 molL ⁻¹
Fósforo, potássio, cálcio e magnésio (Resina)	2,5 cm ³	25 mL de H ₂ O + 2,5 cm ³ de resina de troca iônica
Enxofre	10 cm ³	1 cm ³ de carvão ativado + 25 mL da solução extratora de fosfato de cálcio monobásico 0,01 molL ⁻¹
Boro	10 cm ³	0,5 cm ³ de carvão ativado + 25 mL de solução de cloreto de bário
Cobre, Ferro, Zinco e Manganês	20 cm ³	40 mL de solução extratora DTPA
Textura	10 g	50 mL da solução dispersante
Metais pesados	0,5 g	10 mL ácido nítrico
Sódio	0,5 g	acetato de amônio
Condutividade elétrica	50 g	50 mL de água
Biológica - Arilsulfatase	1 g	4 mL de solução tampão + 1 mL de solução de p-nitrofenil sulfato de potássio
Biológica - β-glicosidase	1 g	4 mL de solução o Tampão Universal Modificado (MUB): pH 6,5 + e 1 mL p-nitrofenil-β-D-glicosídeo (PNG)

Fonte: Fundação ABC - abcLab (2020).

As amostras de tecido vegetal foram lavadas para remoção de terra e secas em estufa de circulação de ar, SS Scientific, a 60°C, por 18 horas, foram moídas em moinho de facas, Peppink com peneira de 1 milímetro. Foram pesadas conforme metodologia da Embrapa e USEPA, adicionadas à solução de extração, conforme descrito na Tabela 2, e analisadas em unicata:

Tabela 2 – Análises nas amostras de tecido vegetal

<i>Análise</i>	<i>Peso</i>	<i>Extrator</i>
Macro + Micro (B, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, N, P, S, Zn)	0,2 g	6 mL da solução de ácido nítrico 7 M e 2 mL de peróxido de hidrogênio PA
Metais Pesados (Al, Ba, Cd, Co, Cr, Mo, Ni, Pb)	0,2 g	10 mL ácido nítrico
Nitrogênio	0,1 g	-

Fonte: Fundação ABC - abcLab (2020).

4.3 Reagentes e soluções

Todos os reagentes utilizados nas análises foram de grau analítico, e as soluções de extração e padrões analíticos preparadas em vidrarias previamente tratadas em banho de ácido nítrico (HNO₃) 30%. A água utilizada foi deionizada para as análises de rotina e biológicas e ultrapura (Purificador de água Elga) para análise de metais pesados. As vidrarias utilizadas foram calibradas por empresa acreditada à norma ISO 17025 no preparo de soluções durante a realização das análises, bem como nos equipamentos de leitura.

4.4 Procedimento para análise em amostras de solo

As análises laboratoriais podem influenciar nas tomadas de decisões relacionadas ao manejo da área, além de identificar e quantificar as fontes de variabilidade quem pode influenciar na continuidade do processo de agregação positiva, importante para manter as condições produtivas do solo.

4.4.1 pH em Cloreto de cálcio + SMP

Conforme descrito na Tabela 1, o pH foi determinado utilizando 10 cm³ da amostra e adicionado 25 mL de solução cloreto de cálcio 0,01 molL⁻¹. As amostras

foram agitadas e, posteriormente, foi realizada a leitura do pH, em medidor de pH Gehaka, modelo PG 2000. O equipamento foi previamente preparado com solução tampão para calibração na faixa de leitura e amostras controle para avaliação da rotina em trabalho. Após a determinação de pH, a bandeja contendo as amostras foi encaminhada para a determinação de acidez, com a adição de extrato de 5 mL da solução tampão SMP, agitação na bandeja e realização da leitura do pH SMP no mesmo equipamento de leitura de pH.

4.4.2 Matéria orgânica

A análise de matéria orgânica foi realizada utilizando 0,5 cm³ de cada amostra com um cachimbo adicionando 5 mL da solução de dicromato de sódio 0,667 molL⁻¹ em ácido sulfúrico 5 mol L⁻¹. Para a leitura, as amostras permaneceram 12 horas em repouso e o sobrenadante foi lido em espectrofotômetro UV/VIS, em Micronal, modelo AJX 1600, no comprimento de onda de 650 nm, previamente zerado com a prova em branco, em comparação à curva de calibração previamente preparada com amostras de solos em diferentes concentrações, variando de 0 g(dm³)⁻¹ até 80 g(dm³)⁻¹.

4.4.3 Alumínio

Para a análise de alumínio, utilizou-se 5 cm³ de solo, com a adição de 50 mL de solução de KCl 1 molL⁻¹. As amostras foram agitadas por 10 minutos a 220 rpm e permaneceram em repouso por, no mínimo, 12 horas, para a decantação do solo, 25 mL do líquido sobrenadante foi transferido para frascos plásticos. A cada amostra adicionou-se 3 gotas do indicador azul de bromotimol 0,5% mais a barra magnética e realizou-se a titulação com hidróxido de sódio 0,025 molL⁻¹ até o aparecimento da cor verde oliva claro, que é o ponto de viragem.

4.4.4 Fósforo, potássio, cálcio e magnésio (Resina)

Para a determinação dos macronutrientes via resina, foi utilizado 2,5 cm³ de amostra, com um cachimbo volumétrico para copo plástico. Cada um recebeu 25 mL de água deionizada e foi agitado por 15 minutos a 220 rotações por minuto (rpm). Para a extração dos minerais disponíveis para a planta, a cada amostra foi adicionado 2,5

cm³ da resina de troca iônica. Elas seguiram para mesa agitadora orbital, onde permaneceram em agitação por 16 horas a 220 rotações por minuto (rpm), após essa etapa, a resina foi lavada, filtrada e transferida, com a adição de 50 mL da solução de cloreto de amônio 0,8 molL⁻¹ em ácido clorídrico 0,2 molL⁻¹, para outro copo plástico. O extrato da amostra ficou em repouso durante 30 minutos e depois foi agitado por 60 minutos a 220 rotações por minuto (rpm).

Para a análise de potássio, cálcio e magnésio, transferiu-se 1 mL do extrato, com auxílio de uma pipeta automática, para tubo de ensaio, adicionou-se 10 mL de solução de óxido de lantânio 0,1%, com auxílio de um dispensador de 10 mL, e a amostra foi agitada em agitador de tubos Vortex, marca Fisaton. A leitura do cálcio, magnésio e potássio foi realizada em espectrofotômetro de absorção atômica, Thermo Scientific, modelo ICE 3300. As leituras iniciaram-se com a curva de calibração de cada elemento e depois das amostras.

A curva de calibração foi preparada a partir de soluções padrão de referência certificadas. Nas concentrações de 1000 mg L⁻¹, os pontos para cálcio foram de 0,17; 0,75; 1,50; 3,00 e 5,00 mmolc(dm³)⁻¹; para magnésio, as concentrações foram de 0,1; 0,4; 0,8; 1,6 e 2,0 mmolc(dm³)⁻¹; e para potássio foram 0,03; 0,12; 0,24; 0,48 e 0,60 mmolc(dm³)⁻¹. As soluções foram diluídas em cloreto de amônio 0,8 mol L⁻¹ e em ácido clorídrico 0,2 mol L⁻¹ e homogeneizadas. Transferiu-se cada solução para copos plásticos, adicionou 2,5 cm³ de resina e elas foram agitadas por 1 hora a 220 rpm. A leitura prosseguiu conforme o procedimento adotado para as amostras.

Já para a determinação de fósforo, transferiu-se 2 mL da amostra em um tubo de ensaio e adicionou-se 8 mL da solução diluída de molibdato de amônio. As amostras permaneceram em repouso durante 15 minutos e a leitura foi feita em espectrofotômetro UV/VIS, Fooze, modelo FZ100-FAST-SPEC no comprimento de onda de 720 nm.

A curva de calibração de fósforo foi preparada a partir da solução diluída de 100 mg L⁻¹ nas concentrações de 0,1, 1,0, 2,0, 4,0 e 8,0 mg L⁻¹, em balões volumétricos de 50 mL. O volume foi completado com solução de cloreto de amônio 0,8 mol L⁻¹ em ácido clorídrico 0,2 mol L⁻¹. Transferiu-se cada solução para copos plásticos, adicionou-se 2,5 cm³ de resina e elas foram agitadas por 1 hora a 220 rpm. A leitura prosseguiu conforme o procedimento adotado para as amostras.

4.4.5 Enxofre

Para a análise de enxofre, foi utilizado 10 cm³ de cada amostra para copo plástico, com a adição de mais 1 cm³ de carvão ativado e 25 mL da solução extratora de fosfato de cálcio monobásico Ca(H₂PO₄)₂H₂O 0,01 mol L⁻¹. As amostras foram levadas para mesa agitadora orbital por 30 minutos a 220 rotações por minuto (rpm). Após o período de agitação, as amostras foram filtradas, tomou-se 10 mL do filtrado para tubo de ensaio e adicionou-se 1 mL de ácido clorídrico (HCl) 6 mol L⁻¹ e 0,5 g de cloreto de bário seco e peneirado. Os tubos foram agitados em agitador de tubos do tipo Vortex, Fisatom, até a dissolução dos cristais;

Os extratos ficaram em repouso durante 2 minutos e realizou-se a leitura em Espectrofotômetro UV/VIS Micronal, modelo AJX 1600, no comprimento de onda de 420nm. O equipamento foi zerado, com prova em branco, para realizar a leitura em Espectrofotômetro UV/VIS no comprimento de onda de 420nm. A curva de calibração para quantificação das amostras foi construída a partir de solução padrão de 1000 mg L⁻¹ de enxofre, que foi diluída para a solução de trabalho nas concentrações de 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 e 20,0 mg L⁻¹

Em cada solução padrão, tomou-se 25 mL, adicionou-se 0,25 g de carvão ativo para copo plástico e agitou-se, manualmente, cada um deles. Além disso, também se tomou 10 mL de cada ponto das soluções padrão de trabalho de enxofre para tubo de ensaio, adicionou-se 1 mL de ácido clorídrico (HCl) 6 mol L⁻¹, mais 0,5 g de cloreto de bário seco e peneirado e prosseguiu-se conforme leitura das amostras.

4.4.6 Boro

Foi utilizado 10 cm³ de amostra para determinação do teor de boro e adicionou-se, com auxílio de um dispensador, marca Jencons, 25 mL da solução de cloreto de bário (BaCl₂). As amostras foram homogeneizadas, tampadas, colocadas em forno de micro-ondas convencional e distribuídas uniformemente e em círculo, no sentido do raio do prato do extrator, o aquecimento foi de 4 minutos na potência 7 e 5 minutos na potência 5. As amostras foram retiradas do micro-ondas e acondicionadas até temperatura ambiente para filtragem, utilizando 1 folha de papel filtro quantitativo (filtração lenta) em copos descartáveis de 80 mL.

Para o preparo da prova em branco, realizou-se o mesmo procedimento de extração, sem adicionar a amostra de solo, os extratos filtrados foram transferidos para tubos de ensaio e foi realizada a leitura em ICP-OES-5100, marca Agilent. A

curva de calibração foi preparada a partir da solução de referência de boro de 1000 mg L⁻¹, assim, as soluções da curva de calibração foram preparadas nas concentrações de 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 e 10,0 mg L⁻¹ de boro, a partir da solução intermediária de 250 mg L⁻¹, tomando a alíquota de 0,02; 0,10; 0,20; 0,40; 1,0 e 2,0 mL para um balão volumétrico de 50 mL.

4.4.7 Cobre, Ferro, Zinco e Manganês

A análise de micronutrientes disponíveis no solo foi realizada com 10 cm³ da amostra com a adição de 20 mL da solução extratora de DTPA. As amostras foram agitadas, em mesa agitadora orbital, por 2 horas a 220 rpm. Após esse procedimento, elas foram filtradas em papel filtro quantitativo, em copos descartáveis de 80 mL e transferidas para tubos de ensaio. A leitura do extrato foi realizada diretamente em CP-OES-5100, marca Agilent. As soluções padrão da curva de calibração foram preparadas a partir do padrão certificado de 1000 mg L⁻¹ nas concentrações de:

- Cobre 0,04; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 e 20,0 mg (dm³)⁻¹;
- Ferro 0,4; 20,0; 40,0; 70,0; 100,0 e 200,0 mg (dm³)⁻¹;
- Manganês 0,4; 20,0; 40,0; 70,0; 100,0 e 200,0 mg (dm³)⁻¹;
- Zinco 0,04; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 e 20,0 mg (dm³)⁻¹.

4.4.8 Textura

Para análise da granulometria do solo, pesou-se, em balança de precisão, 10 g de cada amostra em frasco de vidro com tampa. Foi adicionado, a cada frasco, 50 mL de solução dispersante, preparada previamente com 10 g de hexametáfosfato de sódio (NaPO₃)_n, e mais 4 g de hidróxido de sódio (NaOH) em balão volumétrico de 1 L. As amostras foram agitadas, com agitador mecânico horizontal para dispersão do solo, durante 16 horas a 140 batidas por minuto. Após essa etapa, cada amostra foi passada em uma peneira com malha de 0,053 mm, acoplada em proveta de vidro de 500 mL, para receber o filtrado da amostra. Todo o conteúdo do frasco foi transferido para a peneira e lavado com água até que a amostra retida na peneira ficasse totalmente límpida, tomando cuidado para não ultrapassar a marca de 500 mL na proveta.

Para a determinação do teor de argila, o volume da proveta que recebeu a amostra filtrada foi completado com água, com um bastão com êmbolo na sua extremidade inferior. A solução foi agitada durante, aproximadamente, 30 segundos, de acordo com a temperatura da sala, determinou-se o período de repouso das amostras após a agitação para posterior retirada de 5 mL da porção superior da proveta, que foi transferida para cadinho de porcelana previamente tarado.

Já para o teor de areia das amostras, foi transferida a areia retida na peneira para um béquer de polipropileno de 400 mL, retirado o excesso da água e todas as partículas de areia foram transferidas para um cadinho de porcelana com tara predefinida. Os cadinhos das duas porções (areia e argila) foram levados para secagem em estufa, marca Tecnal, modelo TE-394/2, a 105 °C, durante 12 horas. No outro dia, eles foram retirados da estufa e colocados em um dessecador para esfriar e em uma balança analítica, cada cadinho identificado foi pesado novamente.

4.4.9 Elementos potencialmente tóxicos

Para a determinação do teor dos elementos potencialmente tóxicos, arsênio, cádmio, chumbo, cromo, níquel, molibdênio e bário, foi pesado cerca de 0,5 g de cada amostra para tubos de teflon próprios para extração micro-ondas, da Milestone, seguindo a metodologia de digestão USEPA, método 3051-2007 e adicionado 10 mL de ácido nítrico. Os tubos foram colocados na bandeja do micro-ondas, seguindo para digestão com o aumento gradativo da temperatura durante cerca de 6 minutos até 175°C e permanecendo nessa temperatura por 4 min e, por fim, votam para o resfriamento até temperatura ambiente.

Após a digestão, foi adicionado 10 mL de água e a solução foi transferida para tubos Falcon de 50 mL. Os extratos filtrados foram transferidos para tubos de ensaio e foi realizada a leitura em ICP-OES-5100, marca Agilent. A curva de calibração foi construída a partir de padrões de cada elemento diluídos para concentração de 0,01 mg kg⁻¹ até 1,20 mg kg⁻¹. Cada um deles foi lido em comprimento de onda específico de acordo com a melhor resposta ao elemento em análise e menor interferência. Além disso, utilizou-se amostras controle de concentração conhecidas para avaliação da rotina analítica.

4.4.10 Sódio

Para a determinação do teor de sódio, utilizou-se 0,5 g de cada amostra para extração com solução de acetato de amônio e leitura em espectrofotômetro de absorção atômica, em Thermo Scientific, modelo ICE 3300. Iniciaram-se as leituras com a curva de calibração e depois as amostras de estudo e controle da rotina, a curva de calibração de sódio foi na faixa de concentração de $0,01 \text{ mmol}(\text{dm}^3)^{-1}$ até $0,20 \text{ mmol}(\text{dm}^3)^{-1}$.

4.4.11 Condutividade elétrica

Para a determinação da condutividade do solo, utilizou-se 50 g de solo, pesado em Erlenmeyer de 100 mL, e adicionou-se 50 mL de água. A solução foi agitada e permaneceu em repouso de um dia para o outro, para posterior filtragem e leitura da condutividade elétrica em dS cm^{-1} , em medidor de condutividade digital, marca Hanna, modelo HI 2550.

4.4.12 Enzimas

As análises enzimáticas de arilsulfatase e beta-glicosidade foram realizadas via colorimetria do p-nitrofenol. O p-nitrofenol é liberado por essas enzimas quando o solo é incubado com uma solução tamponada de substratos específicos para cada uma delas.

As amostras foram analisadas em duplicatas para determinação da concentração de cada uma das enzimas analisadas. Utilizou-se uma curva padrão preparada com as concentrações conhecidas de p-nitrofenol (0, 10, 20, 30, 40 e 50 μg de p-nitrofenol mL^{-1}).

As amostras foram pesadas, utilizou-se 1 g de solo previamente peneirado a 2mm. Para a enzima arilsulfatase adicionou-se 4 mL de solução tampão de acetato de sódio e mais 1 mL da enzima nitrofenil $0,05 \text{ mol L}^{-1}$. Para análise da betaglicosidade o substrato utilizado foi 1 mL de p-nitrofenil- β -D-glucopiranoside (PNG), $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ e mais 4 mL da solução tampão universal modificada (MUB).

As amostras foram agitadas e levadas a incubação a 37°C em estufa, marca Quimis, modelo 0316M5, por 1 h.

A leitura foi feita após a adição de 1 mL de solução de cloreto de cálcio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ e mais 4 mL de solução de hidróxido de sódio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ para arilsulfatase. E a adição de 1 mL de cloreto de cálcio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ mais 4 mL de solução de Tris-Hydroxymethyl-AminoMetano (THAM) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ para a betaglicosidade.

As amostras foram agitadas e posteriormente filtradas em papel filtro Whatman, nº2. A leitura foi realizada utilizando espectrofotômetro UV-VIS, marca Shimadzu, modelo UV-2600. Os valores de atividade foram expressos em $\mu\text{g p-nitrofenol h}^{-1} \text{ g}^{-1}$ solo.

4.5 Procedimento para análise em amostras de tecido vegetal

4.5.1 Macro e micronutrientes

Para a determinação do teor de macro e micronutrientes nas amostras de plantas, pesou-se, aproximadamente, 0,2 de cada amostra para tubos de teflon próprios para extração micro-ondas e foi adicionado 6 mL da solução de ácido nítrico 7 mol L^{-1} e 4 mL de peróxido de hidrogênio PA. Os tubos foram colocados na bandeja do micro-ondas, seguindo a metodologia de digestão, com o aumento gradativo da temperatura durante cerca de 6 minutos para 175°C , permanecendo nela por 4 min, por fim, passou pelo resfriamento até temperatura ambiente.

Após a digestão, foi adicionado 30 mL de água e a solução foi transferida para tubos Falcon de 50 mL. Os extratos filtrados passaram para tubos de ensaio e foi realizada a leitura em ICP-OES-5100, marca Agilent. Além disso, a curva de calibração foi construída por meio da diluição dos padrões de referência em uma mesma solução mix, em concentrações variáveis em seis pontos, para cada elemento analisado.

Para boro (B) e cobre (Cu), a curva de calibração foi de 0,01 até $1,00 \text{ mg kg}^{-1}$; já para cálcio (Ca) ela foi de 2,00 até $160,0 \text{ mg kg}^{-1}$; ferro (Fe) variou de 0,10 até $10,00 \text{ mg kg}^{-1}$; potássio (K) de 20,00 até $400,0 \text{ mg kg}^{-1}$; magnésio (Mg) iniciou em 2,00 até $40,0 \text{ mg kg}^{-1}$; manganês (Mn) de 0,05 até $5,00 \text{ mg kg}^{-1}$; fósforo (P) de 2,00 até $100,0 \text{ mg kg}^{-1}$, assim como para enxofre (S) e, por fim, para zinco (Zn), a concentração foi de 0,02 até $2,00 \text{ mg kg}^{-1}$. Cada elemento foi lido em comprimento de onda específico de acordo com melhor resposta ao elemento em análise e menor interferência.

4.5.2 Nitrogênio

O teor de nitrogênio foi determinado por combustão, via analisador Dumas, da marca Leco, modelo FP628. Pesou-se 0,1 g de cada amostra que foi levada diretamente para a leitura no equipamento, que foi previamente calibrado com curva de padrão EDTA, conforme orientação do fabricante.

4.5.3 Elementos potencialmente tóxicos

Para a determinação do teor dos elementos potencialmente tóxicos, arsênio, cádmio, chumbo, cromo, níquel, molibdênio e bário, pesou-se 0,5 g de cada amostra em tubos de teflon próprios para extração micro-ondas, em Milestone, modelo Ethos Easy, seguindo a metodologia de digestão USEPA, método 3051A-2007, com o aumento gradativo da temperatura durante cerca de 6 minutos até 175°C, nela por 4 min e, por fim, passou pelo resfriamento até temperatura ambiente. Após a digestão, foi adicionado 10 mL de água e a solução foi transferida para tubos Falcon de 50 mL, os extratos filtrados passaram para tubos de ensaio e foi realizada a leitura em ICP-OES-5100, marca Agilent. A curva de calibração foi construída a partir de padrões de cada elemento diluídos para concentração de 0,01 mg kg⁻¹ até 1,20 mg kg⁻¹.

4.6 Análise estatística

Para quantificar a variabilidade das propriedades físico-químicas e biológicas avaliadas, para cada grupo de amostras boa e sintoma, foi calculado o desvio-padrão das médias e o coeficiente de variação das duas parcelas, descritos nas tabelas decorrentes deste estudo. De acordo com Brejda *et al.* (2000), com o cálculo da média e desvio padrão de uma população, tem-se uma análise inicial, em que valores altos de desvio padrão correspondem a amostras mais dispersas e valores menores estão relacionados a amostras com valores mais próximos da média estimada, apresentando menor dispersão. Já o coeficiente de variação permite a comparação da dispersão entre as variáveis, pois independe das unidades de medidas envolvidas.

As amostras de solos têm características físicas e químicas que podem variar entre pontos relativamente próximos de uma mesma área de coleta e talhão e essa variação, muitas vezes, pode ser significativa e sem causa visual global. Pode-se

obter diferenças significativas entre o valor de parâmetros e pontos separados de poucos metros num solo com a mesma unidade taxonômica, podendo elas explicar os diferentes rendimentos entre a cultura. Em consequência dessas variações, o uso do valor médio é, às vezes, de pouca utilidade e pode conduzir a decisões de manejo de alto risco, principalmente no sistema solo-água-planta, ocasionando danos permanentes ao sistema e perdas econômicas (GUROVICH, 1982).

A correlações de Pearson (r) foram calculadas de forma a quantificar as relações entre os parâmetros analisados e as correlações significativas, utilizando o Excel para construção da matriz de correlação. O “ r ” de Karl Pearson foi utilizado com o intuito de verificar o grau de correlação linear entre os valores emparelhados das amostras analisadas, o “ r ” é significativo quando comparado aos valores da tabela e levando em consideração a quantidade de dados relacionados. Quando o valor em módulo de “ r ” excede o descrito na tabela, considera-se que existe correlação linear significativa (TRIOLOLA, 1999).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A avaliação dos resultados analíticos de solos obtidos foi por meio da comparação das amostras identificadas como área “Boa” (área com desenvolvimento considerados normal para cultura de milho) e “Sintoma” (área com plantas de desenvolvimento comprometido, tamanho reduzido e amareladas), numeradas de 1 até 3, de acordo com a profundidade de coleta: 1: 0-10 cm; 2: 10-20 cm e 3: 20-40 cm utilizando a média das concentrações e o coeficiente de variação calculados. Os resultados da análise de rotina em solos foram apresentados na Tabela 3.

Os teores de macro e micronutrientes se encontram no solo sob diferentes formas e podem ser determinados nas frações total e lábil. A forma disponível, denominada de fração lábil, resultado deste estudo, é a fração de maior interesse tanto para avaliação da fertilidade do solo quanto para o potencial de contaminação desses elementos no solo, pois possuem maior mobilidade e possível transferência a outros compartimentos ambientais como água, sedimento, organismos e plantas.

Para o crescimento e desenvolvimento da cultura do milho, a planta passa por dois estágios fenológicos, o vegetativo e reprodutivo. Em cada fase, necessitam de diferentes quantidades de água, luz e nutrientes, além de manejo estratégico quando se tem algum impasse climático ou de cultivo durante o seu desenvolvimento. Para que ocorra incremento na produtividade, é essencial que a planta tenha todas as suas necessidades fisiológicas e nutricionais supridas. O uso de cultivares adaptadas, o manejo correto da cultura e da fertilidade, e manejo adequado dos solos pode resultar em aumento significativo da produtividade (COELHO, 2006).

Tabela 3 – Resultados de análise de macronutrientes e acidez em amostras de solos

<i>Id.</i>	<i>Prof.</i>	<i>pH</i>	<i>H+Al</i>	<i>Al</i>	<i>MO</i>	<i>P</i>	<i>Ca</i>	<i>K</i>	<i>Mg</i>
		-	mmolc (dm ³) ⁻¹	mmolc (dm ³) ⁻¹	g(dm ³) ⁻¹	mg(dm ³) ⁻¹	mmolc (dm ³) ⁻¹	mmolc (dm ³) ⁻¹	mmolc (dm ³) ⁻¹
Níveis fertilidade (RAIJ et al., 2001)	-	5,1 - 5,5	-	0	-	26 - 60	4,0 - 7,0	1,6 - 3,0	5,0 - 8,0
<i>Boa 1</i>	0-10 cm	6,6	22	< 0,5	71	551	163	10,6	69
<i>Sint. 1</i>		6,6	26	< 0,5	203	284	205	10,5	105
<i>Boa 1</i>	10-20 cm	6,6	22	< 0,5	54	339	161	7,2	63
<i>Sint. 1</i>		6,5	30	< 0,5	185	369	207	6,7	99
<i>Boa 1</i>		6,2	32	< 0,5	48	120	116	3,2	47

<i>Sint. 1</i>	20-40 cm	6,1	52	< 0,5	213	152	145	2,8	96
<i>Boa 2</i>	0-10 cm	5,8	59	< 0,5	174	187	109	8,2	54
<i>Sint. 2</i>		6,4	35	< 0,5	167	255	169	8,9	85
<i>Boa 2</i>	10-20 cm	5,5	79	< 0,5	146	152	132	2,7	68
<i>Sint. 2</i>		6,2	44	< 0,5	179	161	121	6,4	74
<i>Boa 2</i>	20-40 cm	5,3	109	1,3	123	71	77	< 0,6	55
<i>Sint. 2</i>		5,6	83	< 0,5	153	42	59	3,1	53
<i>Boa 3</i>	0-10 cm	5	113	0,7	113	190	81	5,8	29
<i>Sint. 3</i>		5,1	124	0,8	191	239	94	2,8	35
<i>Boa 3</i>	10-20 cm	5	121	1,3	156	108	83	3,4	33
<i>Sint. 3</i>		5,1	133	0,9	208	207	97	< 0,6	44
<i>Boa 3</i>	20-40 cm	4,6	195	11,3	173	52	47	1,8	26
<i>Sint. 3</i>		4,8	161	10,4	176	52	39	< 0,6	31
	<i>CV* Boa</i>	<i>12,91</i>	<i>68,49</i>	-	<i>42,15</i>	<i>80,08</i>	<i>36,73</i>	<i>57,85</i>	<i>33,66</i>
	<i>CV Sint.</i>	<i>11,77</i>	<i>66,58</i>	-	<i>10,62</i>	<i>54,43</i>	<i>47,67</i>	<i>52,87</i>	<i>41,83</i>

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Pode-se observar na Tabela 3, que os dados apresentados, levando em consideração a profundidade, variara entre si, a maior discrepância está nos valores de matéria orgânica, que são maiores nas amostras com sintomas do que nas consideradas saudáveis. O teor de matéria orgânica do solo não é considerado um índice adequado para predizer a disponibilidade de nitrogênio e outros nutrientes em solos, mas é muito importante para dar ideia da textura e está relacionado como indicador da qualidade biológica do solo, visto que as enzimas do solo atuam nos processos de formação e degradação da matéria orgânica e na ciclagem dos nutrientes.

Os níveis de fertilidade do solo analisado para os macronutrientes, fósforo (P) e K⁺ (potássio trocável) estão muito altos para a maioria das áreas (P >80 mg(dm³)⁻¹ e K⁺ > 6,0 mmolc(dm³)⁻¹), levando em consideração os teores propostos por Raij *et al.* (2001), que são considerados os valores de referência para avaliação da fertilidade de áreas agrícolas. O mesmo ocorreu com os níveis de cálcio (Ca²⁺) e magnésio (Mg²⁺) também são considerados bem altos (Ca²⁺ > 7 mmolc(dm³)⁻¹ e Mg²⁺ > 8 mmolc(dm³)⁻¹).

Os coeficientes de variação, que foram calculados a partir das médias obtidas e os desvios-padrão, tiveram valores acima de 80% para fósforo e 60% para H+Al. Essa constatação aponta para a importância da amostragem e que a utilização de um mesmo número de amostras para caracterização conjunta dessas propriedades levaria a diferenças na sensibilidade das estimativas. O coeficiente de variação alto indica que maiores números de amostras devem ser analisados caso se queira que as variáveis sejam avaliadas com o mesmo grau de sensibilidade. Sendo assim, o coeficiente de variação é um indicativo da variabilidade relativa das propriedades e, no presente caso, dos parâmetros analisados.

De acordo com Júnior *et al.* (2010), estudos de fertilidade de área de manejo agrícola apontam que os sistemas conservacionistas formam, no solo, um ambiente diferente do encontrado no sistema convencional. A variabilidade espacial dos índices de fertilidade do solo aumenta com a utilização de manejo de plantio direto, tanto no sentido vertical quanto no horizontal, e indicam o acúmulo e a qualidade dos diferentes materiais de cobertura produzidos nos vários sistemas de sucessão e rotação de culturas. O não revolvimento do solo e as frequentes adubações e calagem em superfície e nas linhas de cultivo formam um gradiente de concentração superficial de matéria orgânica e nutrientes, que, quando em excesso, podem comprometer o desenvolvimento de algumas culturas dependendo da necessidade de nutrientes.

Os resultados das demais análises químicas, de micronutriente, enxofre, sódio e condutividade elétrica, realizadas nas amostras de solos constam na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados de análise de micronutrientes e condutividade elétrica em amostras de solos

<i>Id.</i>	<i>Prof.</i>	<i>Fe</i>	<i>Mn</i>	<i>Cu</i>	<i>Zn</i>	<i>B</i>	<i>S</i>	<i>C.E</i>	<i>Na</i>
		mg(dm³)⁻¹						dSm⁻¹	mmolc(dm³)⁻¹
Níveis fertilidade (RAIJ <i>et al.</i>, 2001)	-	5,0 - 12,0	1,3 - 5,0	0,3 - 0,8	0,6 - 1,2	0,21 - 0,6	5,0- 10,0	-	-
<i>Boa 1</i>	0-10 cm	138	4,7	10,1	24,1	1,17	9	0,37	1,8
<i>Sintoma 1</i>		96	1,4	5,8	27,6	1,01	16	0,43	3,8
<i>Boa 1</i>	10-20 cm	157	2	5,9	13,2	0,63	11	0,25	1,15
<i>Sintoma 1</i>		110	0,9	5,9	27,9	0,7	15	0,32	1,32
<i>Boa 1</i>	20-40 cm	131	< 0,8	1,6	1,6	0,34	10	0,17	0,91
<i>Sintoma 1</i>		97	< 0,8	2,6	10,6	0,49	51	0,29	0,9
<i>Boa 2</i>	0-10 cm	107	2,5	5	14,4	0,96	15	0,24	2,48

Sintoma 2		111	1,7	5,5	19,2	0,91	17	0,28	1,25
Boa 2	10-20 cm	113	1,1	4,3	10,1	0,68	35	0,18	3,31
Sintoma 2		118	< 0,8	4,5	13,4	0,59	20	0,22	2,78
Boa 2	20-40 cm	104	< 0,8	1,7	2,4	0,39	51	0,16	2,48
Sintoma 2		74	< 0,8	1,2	2,1	0,25	29	0,19	2,57
Boa 3	0-10 cm	119	5,5	4,8	11,3	0,62	10	0,24	1,3
Sintoma 3		117	3	5	16,2	0,83	9	0,22	2,34
Boa 3	10-20 cm	128	1	2,4	4	0,56	19	0,21	1,51
Sintoma 3		113	< 0,8	2,9	8,2	0,65	15	0,15	2,4
Boa 3	20-40 cm	81	< 0,8	0,8	0,7	0,36	24	0,16	1,68
Sintoma 3		45	< 0,8	0,6	0,5	0,34	43	0,1	-
	CV* Boa	18,37	67,31	70,82	84,64	43,96	69,78	30,32	41,72
	CV Sintoma	24,73	51,22	53,33	70,67	39,64	59,77	40,24	44,24

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Os resultados dos micronutrientes e do enxofre, da Tabela 4, levando em consideração os níveis de fertilidade do solo (RAIJ *et al.*, 2001), encontram-se, também, acima do indicado para a nutrição foliar. Os valores de teores considerados altos são: boro $>0,60 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$, cobre $>0,8 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$, ferro $>12 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$, manganês $>5,0 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$, zinco $>1,2 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$ e enxofre $>10 \text{ mg}(\text{dm}^3)^{-1}$.

O fornecimento de nutriente no solo em excesso, segundo Batista *et al.* (2018), pode afetar a produção, como escassez hídrica, ventos fortes, geadas, e faz com que a planta passe por estresse. Isso pode acarretar a redução no seu crescimento, como já apresentado na curva de resposta modelo. Devido às complexas reações químicas presentes no solo, a disponibilidade de micronutrientes depende do equilíbrio entre a solução do solo, a matéria orgânica, a CTC e a presença de compostos insolúveis.

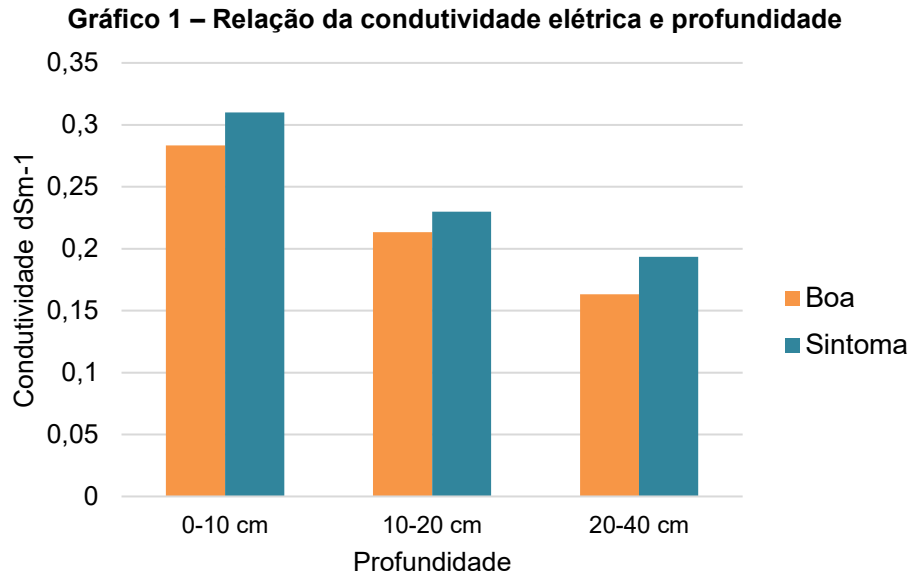
A acidez do solo também tem relação direta com a disponibilidade dos micronutrientes para o desenvolvimento das plantas, visto que, em solos mais ácidos, encontram-se mais disponíveis e não estão disponíveis em pH alto. Dessa forma, sem a prévia correção da acidez da área, a adubação com micronutrientes não se torna eficiente.

É notável, ainda, que produtores rurais, sem conhecimento prévio da área, sem acesso às informações da fertilidade do solo e histórico de cultivo, apliquem receitas prontas de fertilizantes com a finalidade de aumentar a fertilidade do solo e

rentabilidade. Como destacado por Silva (2009), tal manejo pode acarretar na salinização do solo, pois resulta na absorção de nutrientes em excesso, podendo causar toxicidade nas plantas, além de aumentar os custos da produção. Ainda, é válido destacar que o uso em excesso aumenta os riscos ambientais, contaminação de lençóis freáticos, rios e cursos d'água que passam pela propriedade, apresentando riscos à saúde humana e animal.

A condutividade elétrica está relacionada à capacidade de armazenamento de água no solo, com as suas características físicas e com a quantidade de argila e matéria orgânica. A medição da condutividade elétrica é realizada *in loco*, muitas vezes, para estudo da variabilidade espacial de uma gleba, por ser uma medida rápida, fácil e confiável e que relaciona muitas propriedades do solo para definição de padrões espaciais (RABELLO, 2009). Na área em estudo, a variação da condutividade é acima de 30%, com valores de $0,10 \text{ dSm}^{-1}$ até $0,43 \text{ dSm}^{-1}$ (Tabela 4).

Pode-se constatar que a condutividade elétrica varia de acordo com a profundidade de coleta do solo. As amostras coletadas de 0 a 10 cm apresentaram valores maiores de condutividade elétrica comparados aos de profundidade de 20 a 40 cm. As médias da condutividade em decorrência da profundidade estão descritas no gráfico 1, característica também descrita no trabalho de Oliveira *et al.* (2012), que avaliou condutividade elétrica de um solo, manejado com diferentes lâminas de irrigação e diferentes doses de potássio na área da Embrapa Mandioca e Fruticultura de Cruz das Almas na Bahia.

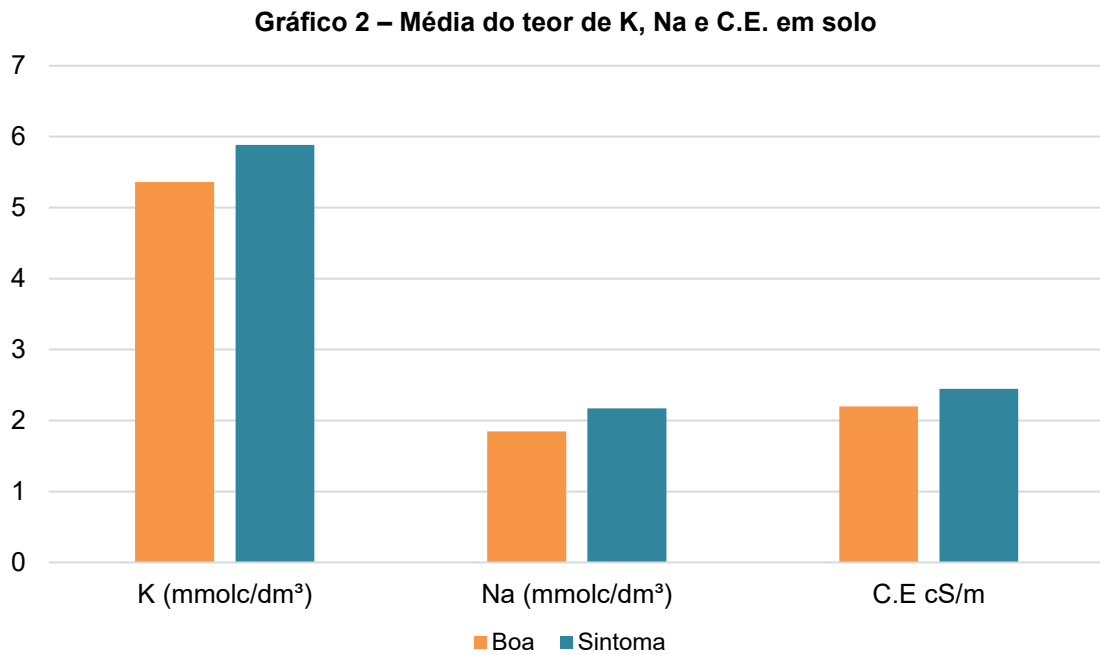


Fonte: Autoria própria (2022).

Outro ponto observado é que a média da condutividade elétrica nas amostras com sintoma é maior do que nas amostras consideradas saudáveis, nas três profundidades de coleta. Algumas linhas de estudo que analisaram os fatores que influenciam na condutividade elétrica relacionaram as propriedades: salinidade, teor de água, textura e algumas propriedades químicas de interesse agrícola, como a capacidade de troca iônica (CTC).

O sódio apresentado na Tabela 4, apesar de não ser um nutriente decisivo para o crescimento da cultura, compõe a soma de base e a CTC para algumas metodologias, como a de Albrecht, que indica o teor de sódio em torno ou próximo de zero, dessa forma, muitas vezes, não é analisado para determinação da fertilidade do solo. Para Albrecht, o limite máximo de sódio no solo é 1%, acima disso já é crítico (ALBRECHT, 1975). O sódio, assim como o potássio, é um elemento que tem maior poder salino, quando encontrados em excesso, salinizam o solo, processo já mencionado devido ao excesso de macro e micronutrientes. Os valores de sódio, quando convertidos em porcentagem, estão abaixo de 1% na área em estudo, porém, quando somado aos demais nutrientes em excesso, desfavorece o desenvolvimento saudável da cultura.

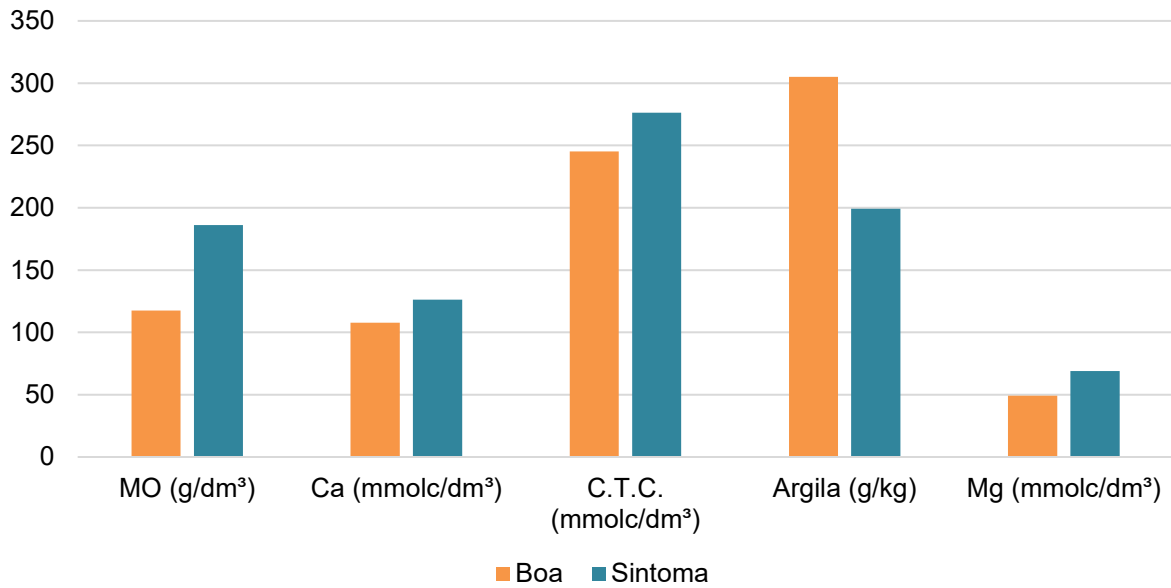
Nos gráficos 2 e 3 estão descritas as médias dos parâmetros, potássio, sódio, condutividade elétrica, matéria orgânica, CTC, argila e magnésio, analisados das amostras saudáveis (boa) em relação às amostras com sintoma (sintoma), sem levar em consideração a profundidade de coleta das amostras.



Fonte: Autoria própria (2022).

Para os teores de matéria orgânica (MO), cálcio (Ca), capacidade de troca iônica (CTC) e magnésio (Mg), as médias foram maiores nas amostras com sintoma quando comparadas com as saudáveis. Apenas o teor de argila foi maior para as amostras saudáveis, porém o teor de argila é pouco influenciado pelo manejo adotado no talhão, a variação desse atributo é resultado somente de processos pedogenéticos que atuaram sobre os diferentes materiais de origem.

Os valores elevados nas amostras com sintomas também foram obtidos para potássio (K), sódio (Na) e condutividade elétrica (CE) descritos no gráfico 3.

Gráfico 3 – Média do teor de MO, Ca, CTC, argila e Mg em solo

Fonte: Autoria própria (2022).

Quando avaliada a correlação entre cada parâmetro físico-químicos das amostras analisadas, foi elaborada uma matriz de correlação para identificar as interações com valores significativos, como descrito na Tabela 5.

Os valores em destaque são os valores que apresentaram correlação significativa, ou seja, existe relação linear entre duas variáveis quantitativas analisadas. O sinal antes do número se refere ao sentido da relação entre as duas variáveis (positivo indica que as duas variáveis variam no mesmo sentido, enquanto um sinal negativo indica que as variáveis variam em sentido inverso).

Tabela 5 – Matriz de correlação

	pH	H+Al	Al	MO	P	Ca	K	Mg	Na	C.E	C.T.C.	Argila
pH	-	-0,969	-0,863	-0,258	0,670	0,880	0,697	0,829	-0,077	0,738	0,401	0,244
H+Al	-	-	0,926	0,313	-0,618	-0,841	-0,658	-0,780	0,068	-0,695	-0,283	-0,286
Al	-	-	-	0,218	-0,714	-0,943	-0,664	-0,503	-0,249	-0,657	0,090	-0,121
MO	-	-	-	-	-0,250	-0,026	-0,116	0,214	0,378	0,040	0,481	-0,952
P	-	-	-	-	-	0,756	0,750	0,478	-0,107	0,750	0,482	0,287
Ca	-	-	-	-	-	-	0,682	0,875	-0,004	0,833	0,734	0,041
K	-	-	-	-	-	-	-	0,520	0,180	0,799	0,382	0,134
Mg	-	-	-	-	-	-	-	-	0,145	0,740	0,723	-0,241
Na	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,076	0,166	-0,489
C.E	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,646	-0,028
C.T.C.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-0,445
Argila	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Autoria própria (2022).

Correlações fortemente e significativas ($r \geq 0,7$), valores críticos descritos no Anexo A, foram encontradas para pH, alumínio (Al) e hidrogênio mais alumínio (H+Al), visto que as análises são complementares, o H+Al é analisado do mesmo extrato do pH. O alumínio, segundo Urrutia *et al.* (1995), em $\text{pH} \leq 5,5$ o hidrogênio H^+ atua sobre os minerais liberando íons Al^{3+} na solução do solo, reduzindo, assim, a disponibilidade de fósforo e de enxofre. O alumínio pode resultar em problema para o solo com pH menor do que 5,5, combinado com a baixa saturação de bases, já com o pH acima de 5,5, o alumínio na maioria dos solos não é detectado.

Os valores obtidos de correlação entre os macronutrientes fósforo (P), cálcio (Ca), potássio (K) e magnésio (Mg) também estão relacionados à extração dos minerais, que foram extraídos pela metodologia de resina de troca iônica devido ao seu potencial de extração multielementar, que permite a quantificação da fração lábil do nutriente para a planta, além de proporcionar uma boa resposta solo/planta.

Os resultados de correlação da condutividade elétrica e os minerais foram significativos, visto que a condutividade está relacionada ao fato de cátions trocáveis, localizados na superfície do solo, conduzirem corrente elétrica. Tais resultados corroboram com trabalhos na literatura que reportaram a existência de correlação significativa entre a condutividade elétrica e cátions trocáveis (cálcio e magnésio) (COSTA *et al.*, 2014; SANA *et al.*, 2014).

Os resultados da análise da textura das amostras coletadas na área de estudo estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados de análise de textura do solo

Identificação	Profundidade	Areia	Silte	Argila
		g Kg ⁻¹		
Boa 1	0-10 cm	446	170	384
Sintoma 1		543	283	174
Boa 1	10-20 cm	433	151	416
Sintoma 1		522	278	200
Boa 1	20-40 cm	395	159	446
Sintoma 1		544	272	184
Boa 2	0-10 cm	486	297	217
Sintoma 2		512	282	206
Boa 2	10-20 cm	458	318	224
Sintoma 2		507	278	215
Boa 2	20-40 cm	465	279	256
Sintoma 2		610	198	192
Boa 3	0-10 cm	398	263	339
Sintoma 3		461	354	185
Boa 3	10-20 cm	474	280	246
Sintoma 3		472	337	191
Boa 3	20-40 cm	558	225	217
Sintoma 3		521	232	247
	<i>CV* Boa</i>	10,78	26,80	30,12
	<i>CV Sintoma</i>	8,36	16,90	10,89

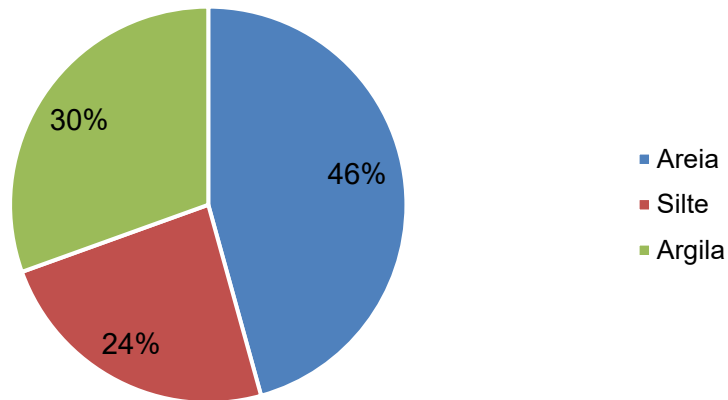
*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

A proporção média da textura da área em estudo, descrita no gráfico 4, evidencia a maior porção arenosa das amostras analisadas, representando 46% da porção. Porém, para o solo ser classificado como arenoso, o teor de areia deve ser superior a 70%, dessa forma, a área em estudo apresenta solo de textura média, com equilíbrio entre os teores de areia, silte e argila.

Gráfico 4 – Proporção média de Textura

Proporção média de Textura

**Fonte: Autoria própria (2022).**

Normalmente, solos de textura mediana apresentam boa drenagem e capacidade de retenção de água e nutrientes. Segundo Fasolo *et al.* (2002), os solos dos Campo Gerais são, principalmente, de textura média devido ao domínio das rochas da Formação Furnas, porção basal da região em estudo, sendo formada por arenitos de textura muito variável, localmente conglomeráticos e com intercalações de clásticos síltico-argilosos.

Essas características são fundamentais no processo de identificação dos tipos de solo, pois sua classificação se inicia com a descrição morfológica do perfil e coleta de material de campo para avaliação de atributos físicos, químicos e mineralógicos do perfil que o representam. Aspectos ambientais do local do perfil, tais como clima, vegetação, relevo, material originário, condições hídricas, características externas ao solo e relações solo paisagem, são também utilizadas (EMBRAPA, 2006).

De acordo com Galán (2000), os solos argilosos retêm mais metais por adsorção, enquanto os classificados como arenosos possuem baixa capacidade de fixação de nutrientes e minerais, sendo, portanto, mais provável a contaminação nas camadas mais profundas.

Na Tabela 7, tem-se os resultados dos elementos potencialmente tóxicos nas amostras de solos.

Tabela 7 – Resultados de análise de elementos potencialmente tóxicos em amostras de solos

<i>Id.</i>	<i>Prof.</i>	<i>Co</i>	<i>Cr</i>	<i>Pb</i>	<i>As</i>	<i>Mo</i>	<i>Ba</i>	<i>Al</i>	<i>Cd</i>	<i>Ni</i>
		mg Kg⁻¹								
<i>Valores de Prevenção (CONAMA)</i>		25	75	72	15	30	150	-	1,3	30
<i>Boa 1</i>	0-10 cm	< 3,2	40,4	16,3	< 0,4	< 3,2	44,6	52146,17	< 0,4	14
<i>Sint. 1</i>		< 3,2	31,5	21,1	< 0,4	< 3,2	77,8	54792,92	< 0,4	9,4
<i>Boa 1</i>	10-20 cm	< 3,2	35,9	16,9	< 0,4	< 3,2	31,9	53033,78	< 0,4	12,1
<i>Sint. 1</i>		< 3,2	31,7	20,2	< 0,4	< 3,2	50,8	52970,11	< 0,4	9,3
<i>Boa 1</i>	20-40 cm	< 3,2	39,7	20,4	< 0,4	< 3,2	28,9	61001,18	< 0,4	13,4
<i>Sint. 1</i>		< 3,2	32,1	23,5	< 0,4	< 3,2	40,8	57795,31	< 0,4	8,9
<i>Boa 2</i>	0-10 cm	< 3,2	41,1	22,1	< 0,4	< 3,2	53,1	61542,45	< 0,4	14,1
<i>Sint. 2</i>		< 3,2	37,9	21,6	< 0,4	< 3,2	52,9	58000,78	< 0,4	11,4
<i>Boa 2</i>	10-20 cm	< 3,2	36,5	22,7	< 0,4	< 3,2	46,5	59325,55	< 0,4	11,2
<i>Sint. 2</i>		< 3,2	36,9	22,5	< 0,4	< 3,2	42,2	56993,66	< 0,4	10,1
<i>Boa 2</i>	20-40 cm	< 3,2	42	24	< 0,4	< 3,2	45,3	67151,53	< 0,4	13,6
<i>Sint. 2</i>		< 3,2	39,8	28	< 0,4	< 3,2	39,9	66879,42	< 0,4	10,2
<i>Boa 3</i>	0-10 cm	< 3,2	46,6	37	< 0,4	< 3,2	60,4	59880,34	< 0,4	19,7
<i>Sint. 3</i>		< 3,2	56,8	36,8	< 0,4	< 3,2	57,2	68307,39	< 0,4	13,3
<i>Boa 3</i>	10-20 cm	< 3,2	43,1	36,4	< 0,4	< 3,2	43,5	57681,2	< 0,4	15,6
<i>Sint. 3</i>		< 3,2	60	37,7	< 0,4	< 3,2	43,9	71909,89	< 0,4	13,3
<i>Boa 3</i>	20-40 cm	< 3,2	42,4	34,9	< 0,4	< 3,2	33,5	57375,41	< 0,4	12,4
<i>Sint. 3</i>		< 3,2	57,7	45,4	< 0,4	< 3,2	36,5	84505,32	< 0,4	13,8
	<i>CV* Boa</i>	-	8,07	32,21	-	-	23,75	7,71	-	17,77
	<i>CV Sintoma</i>	-	28,03	32,11	-	-	25,89	16,10	-	17,43

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Os valores dos elementos potencialmente tóxicos analisados ficaram abaixo do limite estabelecido em legislação, para os parâmetros com resultados acima do limite de quantificação do método (LOQ), podem ser provenientes dos fertilizantes minerais. Entretanto, a sua deposição do solo pode levar décadas, considerando tão somente a concentração do metal pesado no insumo, mas a dose e a quantidade de aplicações (McBRIDE; SPIERS, 2001). A Resolução n° 420/2009, modificada pela n° 460/2013 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), dispõe os critérios e valores orientadores de qualidade do solo quanto à presença de substâncias químicas e

estabelece diretrizes para o gerenciamento ambiental de áreas contaminadas por essas substâncias em decorrência de atividades antrópicas.

Para os elementos cobalto (Co), arsênio (As), molibdênio (Mo), cádmio (Cd), a concentração determinada para o solo em estudo foi incerta devido às concentrações estarem abaixo do limite de quantificação (LOQ), dentro das faixas que abrangem o limite de detecção do método (LOD) e o limite de quantificação (LOQ), sendo que as áreas em questão podem ser classificadas como não poluídas, já que as concentrações obtidas para os elementos se encontram abaixo do estipulado pela legislação brasileira.

Comparando os valores obtidos com os de prevenção descritos na resolução do CONAMA, todos encontram-se abaixo, evidenciando que os elementos potencialmente tóxicos não influenciaram o desenvolvimento da cultura. Essa resposta também foi evidenciada por Pavelhão (2015), que fez um estudo no solo de Bandeirantes, município do estado do Paraná, em comparação com os limites apresentados na mesma resolução.

Franco (2019) relacionou o uso de fertilizantes químicos associados aos orgânicos em áreas de produção intensiva de hortaliças no estado do Rio de Janeiro, na cidade de Petrópolis, que podem ser fontes de elementos potencialmente tóxicos tanto para o solo como para a planta. Em relação às condições biológicas do solo, a análise enzimática foi realizada apenas nas amostras de 0-10 cm, como indicado pela metodologia (TABATABAI, 1994). Os resultados estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 – Resultados de análise enzimática em amostras de solos

<i>Identificação</i>	<i>Arilsulfatase</i>	<i>β-Glicosidase</i>
	µg p-nitrofenol g ⁻¹ solo h ⁻¹	
<i>Boa 1</i>	303,75	134,96
<i>Sintoma 1</i>	395,33	131,71
<i>Boa 2</i>	289,46	139,16
<i>Sintoma 2</i>	260,03	120,76
<i>Boa 3</i>	279,8	83,68
<i>Sintoma 3</i>	338,59	75,88
<i>CV* Boa</i>	4,14	25,90
<i>CV Sintoma</i>	20,51	27,03

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Levando em consideração os valores de atributos microbiológicos para latossolos vermelhos argilosos e muito argilosos de Cerrado, na camada de 0 a 10 cm com base na matéria orgânica do solo, apresentados por Lopes (2012), os valores de arilsulfatase estão adequados ($>95 \mu\text{g p-nitrofenol g}^{-1} \text{ solo h}^{-1}$) e, para β -Glicosidase, estaria na faixa média (66 a $140 \mu\text{g p-nitrofenol g}^{-1} \text{ solo h}^{-1}$). Porém, a tabela foi gerada para a região do Cerrado brasileiro, que possui características diferentes do solo em estudo.

Já o estudo do solo da Paraná, conduzido por Barth *et al.* (2021), correlaciona os valores da matéria orgânica com o teor de cada enzima para interpretação da condição biológica da área em estudo. O teor de arilsulfatase estaria na faixa média ($241\text{-}480 \mu\text{g p-nitrofenol g}^{-1} \text{ solo h}^{-1}$) e β -Glicosidase na baixa ($<160 \mu\text{g p-nitrofenol g}^{-1} \text{ solo h}^{-1}$). Atualmente, não se tem valores de referência para todos os tipos de solos presentes no território brasileiro, isso pode ser explicado devido ao uso de diferentes metodologias, base de dados inadequada para solos de alta qualidade e variabilidade entre propriedades e influências sazonais (KARACA *et al.*, 2010).

A atividade da enzima β -glicosidase está fortemente ligada à matéria orgânica do solo, por isso manejos que alteram as propriedades físicas, químicas e biológicas do solo podem afetar a concentração dessa enzima. De acordo com os estudos de Pandey *et al.* (2014), as áreas de vegetação nativa sem manejo apresentaram índices maiores de β -glicosidase do que as áreas com manejo do solo, já o estudo de Mendes *et al.* (2019) relatou valores mais elevados da atividade da enzima em solos cultivados.

Essas diferenças evidenciam a complexidade da análise, visto que o teor de resíduo vegetal é variável tanto de área nativa quando na utilização de palhadas na rotação de cultura, já que essa enzima atua na etapa final da degradação da celulose. O que se pode afirmar é que os solos com vegetação nativa possuem uma maior variedade de espécies e de resíduos vegetais mais complexos do que solos cultivados. A avaliação da composição química das plantas saudáveis e com sintomas estão compiladas nas Tabelas 9 e 11.

Tabela 9 – Resultados de análise de macro e micronutrientes em tecido vegetal

Identificação	N	P	K	Mg	Ca	Mn	Cu	B	Fe	Zn
	g kg ⁻¹					mg Kg ⁻¹				
Boa 1	47,7	4,3	50,6	3,1	3,6	8,3	9,4	5,7	94,3	33,9
Sintoma 1	50,2	3,5	43,8	3,8	4,5	11	14,2	5,8	331,2	44,2
Boa 2	45,4	3,3	48,5	4,3	4,1	17,2	13,1	6,2	111,7	46,1
Sintoma 2	44,5	3,2	44,5	3,6	4,4	23,9	18,4	6,6	1249,7	60,1
Boa 3	47,4	3,3	40,7	3,6	4,4	34,2	12,6	6,6	110,8	45
Sintoma 3	41,5	3	17,6	8,5	7,2	40,9	15,6	6	264,7	72,3
CV* Boa	2,67	15,89	11,19	16,44	10,02	66,13	17,16	7,31	9,28	16,20
CV Sintoma	9,73	7,78	43,44	52,32	29,60	59,35	13,31	6,79	89,48	23,94

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Os valores relatados por Coelho (2006) da extração de nutrientes pelo milho, cultivado tanto para a produção de grãos quanto de silagem, aumentam linearmente para nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio e magnésio quanto se tem o aumento na produtividade. Nitrogênio e potássio são os nutrientes de maior carência para o desenvolvimento da cultura e, por conseguinte, cálcio, magnésio e fósforo. Porém, os resultados de macronutrientes e micronutrientes estão acima dos valores obtidos nos estudos de Felizardo *et al.* (2019), que avaliou os teores de macronutrientes secundários e micronutrientes em plantas de milho adubadas com fertilizante organomineral. Mesmo a cultura recebendo adubação, os valores ficaram abaixo dos obtidos neste estudo.

Analisando o teor de macronutrientes no solo, de profundidade de 0 até 10 cm, com os teores obtidos do tecido vegetal das amostras de milho cultivada, a correlação foi significativa para fósforo (P), de 0,916, e potássio (K), de 0,880. Já cálcio e magnésio tiveram correlação negativa abaixo de 0,5, como descrito na Tabela 10.

Tabela 10 – Correlação entre macronutriente do solo e tecido vegetal

	P	Ca	K	Mg
P	0,916			
Ca		-0,403		
K			0,880	
Mg				-0,466

Fonte: Autoria própria (2022).

Mesmo com o alto valor de nutrientes no solo, pode não resultar em altos níveis desses minerais no tecido vegetal da cultura. O estudo de adubação, proposto por Melo e Mendonça (2019), constatou que o aumento da dosagem de fosfato no solo resultou em um maior teor de fósforo no tecido vegetal planta, com aumento, também, do teor de matéria seca nas plantas de milho. Porém, certas dosagens de fertilizantes fosfatado em solo de baixa matéria orgânica não resultaram em uma maior concentração de fósforo no tecido vegetal da planta.

De acordo com Okumura *et al.* (2011), a cultura de milho pode ter sua produtividade reduzida em decorrência do próprio cultivo, do solo, do clima, das práticas culturais, das pragas e das doenças e também da limitação pelo potencial produtivo do milho quanto à nutrição mineral adequada adotada no manejo da área. Isso em razão da cultura ser de metabolismo C4, o que significa que, em condições satisfatórias de luminosidade, água, disponibilidade de nutrientes e temperatura a eficiência fotossintética é alta e a discriminação isotópica do carbono é baixa, com ciclo entre 105 e 180 dias.

Tabela 11 – Resultados de análise de elementos potencialmente tóxicos em tecido vegetal

<i>Id.</i>	<i>Al</i>	<i>Cr</i>	<i>S</i>	<i>As</i>	<i>Mo</i>	<i>Co</i>	<i>Cd</i>	<i>Ba</i>	<i>Pb</i>	<i>Ni</i>
	mg Kg⁻¹									
<i>Boa 1</i>	138,3	< 2	2,1	< 2	2,14	< 0,4	< 2	8,1	< 2	< 2
<i>Sintoma 1</i>	2719,5	< 2	2,5	< 2	2,33	< 0,4	< 2	20,6	< 2	< 2
<i>Boa 2</i>	228,7	< 2	2,2	< 2	1,38	< 0,4	< 2	12,6	< 2	< 2
<i>Sintoma 2</i>	9474,4	5,5	2,3	< 2	1,64	< 0,4	< 2	43,1	3,5	< 2
<i>Boa 3</i>	326,2	< 2	2,4	< 2	0,69	< 0,4	< 2	17,9	< 2	< 2
<i>Sintoma 3</i>	2073,3	2,2	2,4	< 2	0,69	< 0,4	< 2	10,9	< 2	< 2
<i>CV* Boa</i>	40,67	-	6,84	-	51,68	-	-	38,13	-	-
<i>CV Sint.</i>	86,20	-	4,17	-	53,01	-	-	66,43	-	-

*CV = Coeficiente de variação

Fonte: Autoria própria (2022).

Em relação ao teor de elementos potencialmente tóxicos no tecido foliar, apresentados na Tabela 11, levou-se em consideração, em mg kg⁻¹, os seguintes teores considerados fitotóxicos: de 100 a 150 para manganês (Mn); 50 a 100 para níquel (Ni); 3 a 20 para cobre (Cu); 500 a 1.500 para zinco (Zn) (WEBBER *et al.*, 1984); e de 56 para chumbo (Pb) (KABATA-PENDIAS; PENDIAS, 2001). Os resultados

obtidos estão abaixo dos limites estabelecidos e, para cromo, arsênio, cobalto, cádmio, chumbo e níquel ficaram abaixo o limite de quantificação do método.

Valores de elementos potencialmente tóxicos foram encontrados por Nogueira, *et al.* (2008) após aplicações sucessivas de lodo de esgoto na área em estudo. As análises de amostras representativas da área afetada são decisivas para a tomada de decisão referente à continuidade da cultura e ações para as demais atividades da área, como próxima adubação e safra, bem como ações preventivas de combate à danos ambientais que possam prejudicar o solo, ar e águas ao redor da propriedade, levando em consideração a preservação do solo para continuidade produtiva e rentabilidade da área.

6 CONCLUSÃO

Os níveis de macronutrientes e micronutrientes, tanto no solo quanto na folha, ficaram acima dos valores determinados como referência para a cultura do milho, indicando o excesso de fertilização resultante do desenvolvimento desigual da cultura na área de estudo. As análises realizadas nas amostras coletadas fornecem subsídios para a tomada de decisão no campo a curto, médio e longo prazo e sugerem o monitoramento da área para as próximas culturas para corrigir os níveis considerados críticos para o desenvolvimento das próximas culturas.

As técnicas utilizadas para as determinações realizadas no laboratório, apresentadas no Anexo B, de análises físico-química foram adequadas para compreensão do estudo e atendeu as necessidades exploratórias. Os parâmetros de validação dos métodos, como os limites de detecção, sensibilidade e precisão, foram satisfatórios, além da simplicidade operacional, possibilidade de utilização de equipamentos semiautomatizados e robustos, baixo custo relativo por amostra e boa eficiência dos equipamentos.

Em relação à atividade enzimática, indicador da qualidade do solo de fácil determinação em laboratório, é notável que existe uma lacuna na aplicabilidade e no aprofundamento de pesquisas relacionadas a esse indicador, visto pelo fato de existirem resultados contraditórios em relação à parametrização de valores de referência para todas as variabilidades de solos presentes no Brasil.

Outros trabalhos abordando as vantagens de se analisar os bioindicadores do solo são necessários. São parâmetros de fácil medição e de alta sensibilidade às variações no sistema de cultivo, que conseguem indicar alterações no ambiente com mais rapidez que os demais indicadores químicos.

A adoção de práticas de manejo do solo agrícola que favorecem a diversidade biológica e funcional dos microrganismos, o ciclo de nutrientes e a nutrição equilibrada das plantas são fatores importantes na manutenção da saúde vegetal. Tais práticas consistem na redução da mecanização do solo, por meio do plantio direto em palha ou cultivo mínimo, no uso de estrume verde ou culturas de cobertura e na adição de estrume orgânico, no planejamento de coletas e análises físicas e biológicas periódicas e na aplicação de novas tecnologias para preservar o solo e reduzir as perdas de produtividade.

Elementos potencialmente tóxicos não foram detectados acima do limite estabelecido pela legislação vigente para as amostras de solos como estimativa da poluição resultante da agricultura e do manejo da área. Porém, a análise contínua de parâmetros que tenham influência da mobilização agrícola para controle da área e histórico para futuras culturas é de suma importância para se garantir a produção eficiente, em concomitância com os princípios da agricultura 5.0, recente geração de modelos de produção agrícola e está baseado na elevação dos ganhos em produtividade, lucratividade e sustentabilidade.

REFERÊNCIAS

- ABDULLAHI, M. S. Chapter 18 - Soil Contamination, Remediation and Plants: Prospects and Challenges. *In*: HAKEEM, K. R. et al. (Ed.). Soil Remediation and Plants. **Academic Press**, San Diego, p. 525-546, 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-799937-1.00018-8>> Acesso em: 01 de julho de 2021.
- ALBRECHT, W. A. **The Albrecht Papers**. Soil Fertility and Animal Health. Edited by Charles Walters. Volume II. Colorado: Acres USA, 1975.
- ALEXANDER, M. **Introduction to soil microbiology**. USA. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1977.
- ALVES, L. D. S. et al. Desenvolvimento de método analítico para quantificação do efavirenz por espectrofotometria no UV-VIS. **Química Nova**, v. 33, n. 9, p. 1967-1972, 2010.
- AOAC. **Official Method 992.15**. Combustion Method. 21st ed. Gaithersburg: ASA-SSA Inc, 2019.
- ARAÚJO FILHO, H. da C. **Análise instrumental: uma abordagem prática**. 1. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2021.
- ARISTÓTELES. **Metafísica**: volume II / Aristóteles; ensaio introdutório, texto grego com tradução e comentário de Giovanni Reale; tradução Marcelo Perine. 3. Ed. São Paulo: Edições Loyola, 2013.
- BALKS, M. R.; BOND, W. J.; SMITH, C. J. **Effects of sodium accumulation on soil physical properties under an effluent-irrigated plantation**. *Australian Journal of Soil Research*, v.36, p. 821-830, 1998.
- BATISTA, M.A. et al. Princípios de fertilidade do solo, adubação e nutrição mineral. *In*: BRANDÃO FILHO, J.U.T. et al. **Hortaliças-fruto** [online]. Maringá: EDUEM, 2018.
- BASSOI, L. H.; INAMASU, R. Y.; BERNARDI, A. C. de C.; VAZ, C. M. P.; SPERANZA, E. A.; CRUVINEL, P. E. **Agricultura de precisão e agricultura digital**. *In*: TECCOGS – Revista Digital de Tecnologias Cognitivas, n. 20, jul./dez. 2019, p. 17-36.
- BHERING, S. B.; SANTOS, H.G. **Mapa de solos do estado do Paraná**: legenda atualizada. Rio de Janeiro: Embrapa Florestas, Embrapa Solos, Instituto Agrônômico do Paraná, 2008.
- BOSS, C. B.; FREDEEN, K. J. **Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry**. 3. ed. Perkin-Elmer Corporation, 2004.

BREJDA, J.J. et al. Distribution and variability of surface soil properties at a regional scale. **Soil Sci. Soc. Am. J.**, Madison, v. 64, p. 974-982, 2000.

BRAUN, A. B.; TRENTIN, A. W. S.; VISENTIN, C.; THOMÉ, A. **Relevance of sustainable remediation to contaminated sites manage indeveloped and developing countries: Case of Brazil.** Land Use Policy, Volume 94. 2020.

CAMPOS, M. C. C. et al. Variabilidade espacial da textura de solos de diferentes materiais de origem em Pereira Barreto, SP. **Revista Ciência Agronômica**, v. 38, p. 149-157, 2007.

CARMO, C. A. F. S. do. et al. **Métodos de análise de tecidos vegetais utilizados na Embrapa.** Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2000.

CATANI, R. A.; ALCARDE, J. C.; KROLL, F. M. A adsorção de boro pelo solo. **Anais da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"**, Piracicaba, v. 28, p. 189-198, 1971.

COELHO, A. M. Nutrição e Adubação do Milho. **Circular técnica 78**, Sete Lagoas, MG, 2006.

COSTA, M. M. et al. Moisture content effect in the relationship between apparent electrical conductivity and soil attributes. **Acta Scientiarum. Agronomy**, v. 36, n. 4, 2014.

ECHART, C. L.; CAVALLI-MOLINA, S. Fitotoxicidade do alumínio: efeitos, mecanismo de tolerância e seu controle genético. **Revista Ciência Rural**, Santa Maria, v. 31, n. 3, p. 531-541, 2001.

EMBRAPA. **Manual de métodos de análise de solo.** 2. ed. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de Solos, 1997.

EMBRAPA. **Sistema brasileiro de classificação de solos.** 2. ed. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de Solos, 2006.

EMBRAPA. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes.** 2. ed. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009.

FASOLO, P. J. et al. **Caracterização dos solos do Município de Castro, PR.** Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002.

FELIZARDO, B. D.; ARAÚJO, E. S.; JUNIOR, I. V. S.; ROCHA, A. A.; CAMPOS, D. V. B. CAMPOS. **Determinação de macronutrientes secundários e micronutrientes em plantas de milho adubadas com fertilizante organomineral.** Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, Uberlândia, MG, 2019. Disponível em: <http://pdf.blucher.com.br.s3-sa-east-1.amazonaws.com/chemicalengineeringproceedings/cobecic2019/EAT88.pdf> Acesso em: 10 set 2021.

FERNÁNDEZ, B.; LOBO, L.; PEREIRO, R. Atomic Absorption Spectrometry: Fundamentals, Instrumentation and Capabilities. Reference Module in Chemistry, **Molecular Sciences and Chemical Engineering**, Elsevier, p. 137-143, 2018.

FERRAZ NETO, José. **Desenvolvimento de metodologia para determinação de matéria orgânica do solo por análise de imagens**. Dissertação (mestrado) – Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Agroveterinárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, Lages, 2015. Disponível: https://www.udesc.br/arquivos/cav/id_cpmenu/1466/NETO_FINAL DISSERTACAO_11569353673202_1466.pdf. Acesso em: 05 ago 2021.

FERREIRA, E. P. de B.; STONE, L. F.; MARTIN, C. C. G. População e atividade microbiana do solo em sistema agroecológico de produção. **Revista Ciência Agronômica**, v. 48, n. 1, p. 22-31, 2017.

FILIZOLA, H. F.; GOMES, M. A. F.; SOUZA, M. D. de. **Manual de procedimentos de coleta de amostras em áreas agrícolas para análise da qualidade ambiental: solo, água e sedimentos**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2006.

FINKLER, R. et al. **Ciências do solo e fertilidade**. Porto Alegre: SAGAH, 2018.

FURTINI NETO, A. E.; VALE, F. R.; RESENDE, A. V.; GUILHERME, L. R. G.; GUEDES, G.A.A. **Fertilidade do solo**. Fundação de Apoio ao Ensino, Pesquisa e Extensão, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2001.

GALÁN, E. **The role of clay minerals in removing and immobilising heavy metals from contaminated soils**. Madeira, Portugal: Funchal, 2000.

GINÉ-ROSIAS, M. F. Espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente (ICP-AES). **CENA**, Série Didática, v. 3, 1998.

GUROVICH, L.A. Field spatial variability structure of soil hydrodynamic properties. **Ciencia e Investigacion Agraria**, v. 9, n. 3, p. 243-254, 1982.

JÚNIOR, L. A. Z. et al. Variabilidade espacial dos teores de macronutrientes em latossolos sob sistema plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 34, p. 389-400, 2010.

KARACA, A. et al. Soil enzymes as indication of soil quality. *In*: **Soil enzymology**. Springer. Berlin: Heidelberg, 2010.

LIRA, F. A.de. **Metrologia: Conceitos e Práticas de Instrumentação**. 1. ed. São Paulo: Érica, 2014.

LOPES, A. S.; GUILHERME L. R. G. NOVAIS, R. F. Fertilidade do solo e produtividade agrícola. **Fertilidade do Solo**, SBCS, Viçosa, 2007.

MARTINS, A. L. C. et al. Produção de grãos e absorção de Cu, Fe, Mn e Zn pelo milho em solo adubado com lodo de esgoto, com e sem calcário. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 27, n. 3, p. 563-574, mai./jun. 2003.

MATOS, A. T. de; NETO, O. B. A.; MATOS, M. P. de. Saturação do complexo de troca de solos oxidícos com sódio. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental Campina Grande**, PB, UAEA/UFCEG, v. 18, n. 5, p. 501–506, 2014.

MATOS, S. P. de. **Técnicas de análise química**: métodos clássicos e instrumentais. 1. ed. São Paulo: Érica, 2015.

MCGILL, W. B.; COLE, C. V. Comparative aspects of cycling of organic C, N, S and P through soil organic matter. **Geoderma**, v. 26, n. 4, 1981.

MELO, M. S.; MORO, R. S.; GUIMARÃES, G. B. **Patrimônio natural dos Campos Gerais do Paraná**. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2007.

MELO, F. M. de; MENDONÇA, L. P. C. de. Avaliação da disponibilidade de fósforo em solo argiloso com diferentes teores de matéria orgânica. **Humanidades & Tecnologia em Revista (Finom)**, ano XIII, v. 18, 2019.

MENDES, I. C. et al. Biological functioning of Brazilian Cerrado soils under different vegetation types. **Plant and Soil**, v. 359, n. 1, 2012.

MENDES, I. C.; DE SOUSA, D. M. G.; DOS REIS JUNIOR, F. B. Bioindicadores de qualidade de solo: dos laboratórios de pesquisa para o campo. **Cadernos de Ciência & Tecnologia**, v. 32, n. 1/2, 2015.

MOLIN, J. P.; RABELLO, L. M. Estudos sobre a mensuração da condutividade elétrica do solo. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 31, n. 1, p. 90-101, 2011.
Disponível em:
<https://www.scielo.br/j/eagri/a/XCcqhxDb8srRpNP5xC3jRm/?format=pdf&lang=pt>.
Acesso em: 01 out 2021.

OKUMURA, R. S.; MARIANO, D. C.; ZACCHEO, P. V. C. Uso de fertilizante nitrogenado na cultura do milho: uma revisão. **Pesquisa Aplicada & Agrotecnologia**, v. 4, n. 2, 2011.

OLIVEIRA, R. C. de et al. Condutividade elétrica de um solo manejado com diferentes lâminas de irrigação e diferentes doses de potássio. **FertBio**, 2012.
Disponível em:
<https://www.alice.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/941930/1/CONDUTIVIDADEELET RICONDUCTIVIDADEELETTRICA.pdf>. Acesso em: 29 jun 2022.

PANDEY, D.; AGRAWAL, M.; BOHRA, J. S. Effects of conventional tillage and no tillage permutations on extracellular soil enzyme activities and microbial biomass under rice cultivation. **Soil and Tillage Research**, v. 136, 2014.

PERKAMPUS, H. H.; **UV-VIS Spectroscopy and its Applications**. Berlin: SpringerVerlag, 1992.

RAIJ, B. van, et al. **Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2001.

RONQUIM, C. C. **Conceitos de fertilidade do solo e manejo adequado para as regiões tropicais**. Campinas: Embrapa Monitoramento por Satélite, 2010.

SÁ, M. F. M. Os solos dos Campos Gerais. *In*: MELO, M. S.; MORO, R. S.; GUIMARÃES, G. B. **Patrimônio natural dos Campos Gerais do Paraná**. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2007.

SANA, R. S. et al. Variabilidade espacial de atributos físico-químicos do solo e seus efeitos na produtividade do algodoeiro. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 10, 2014.

SANTOS, H. G. dos; et al. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. Brasília: Embrapa, 2018.

SILVA, A. M. da. **Comparação de resultados do uso de fertilizantes minerais com fertilizantes organominerais biotecnológicos**. Trabalho de Conclusão de Curso (especialização) – UFPR, Fertilidade do Solo e Nutrição de Plantas, 2019. Disponível em: <https://hdl.handle.net/1884/64160>. Acesso em 08 de jun 2022.

SILVA, L. G. **Uso e monitoramento de indicadores microbiológicos para avaliação de qualidade dos solos de cerrado sob diferentes agroecossistemas**. Tese (Mestrado). 2008. 137p. Universidade de Brasília, Brasília.

SOBRAL, L. F.; et al. **Guia prático para interpretação de resultados de análises de solos**. Aracaju: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2015.

TABATABAI, M.A. Soil enzymes. *In*: Weaver, R.W., et al. (Eds.), **Methods of Soil Analysis**. Part 2. Microbiological and Biochemical Properties. SSSA Book Ser 5, 1994.

TEIXEIRA, P. C. et al. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. Brasília: Embrapa, 2017.

TEIXEIRA, G. M. **Recuperação do enxofre ³⁴S aplicado ao solo em cultivos sucessivos com milho ou soja e alfafa**. Dissertação (mestrado) – Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Piracicaba, 2004.

TRIOLA, M. F. **Introdução à Estatística**. 7. ed. Rio de Janeiro: Editora S.A., 1999.

UNITES STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. **Method 3051A**: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils, Revision 1. Washington, DC, 2007.

UNITES STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. **Method 6010D**: Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry," Revision 5. Washington, DC, 2018.

URRUTIA, M.; MACÍAS, F.; GARCÍA-RODEJA, E. Evaluación del CuCl₂ y del LaCl₃ como extractantes de aluminio en suelos ácidos de Galicia. **Nova Acta Científica Compostelana** (Biología), Santiago de Compostela, v. 5, p.173-182, 1995.

Anexo A – Valores críticos do Coeficiente de correlação r de Pearson

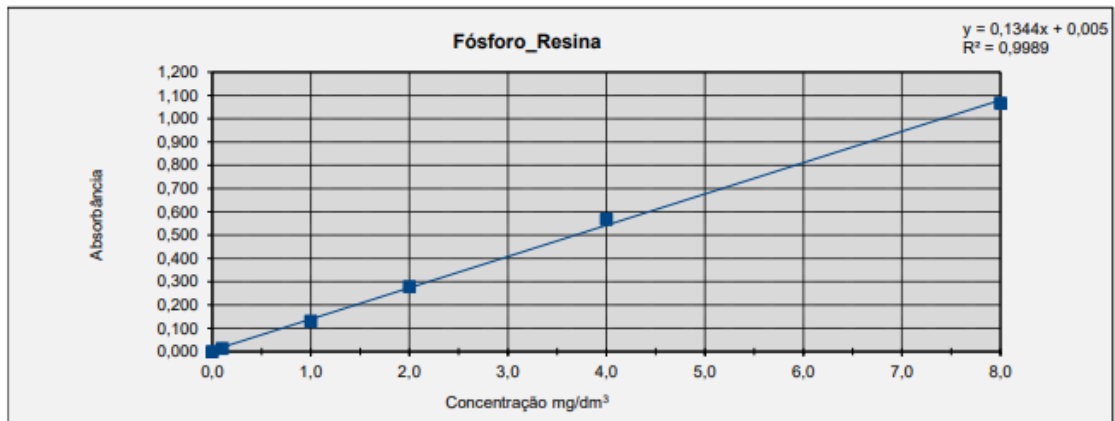
Quadro 2 - Valores críticos do Coeficiente de correlação r de Pearson

Valores Críticos do Coeficiente de Correlação r de Pearson		
n	$\alpha = 0,05$	$\alpha = 0,01$
4	0,950	0,999
5	0,878	0,959
6	0,811	0,917
7	0,754	0,875
8	0,707	0,834
9	0,666	0,798
10	0,632	0,765
11	0,602	0,735
12	0,576	0,708
13	0,553	0,684
14	0,532	0,661
15	0,514	0,641
16	0,497	0,623
17	0,482	0,606
18	0,468	0,590
19	0,456	0,575
20	0,444	0,561
25	0,396	0,505
30	0,361	0,463
35	0,335	0,430
40	0,312	0,402
45	0,294	0,378
50	0,279	0,361
60	0,254	0,330
70	0,236	0,305
80	0,220	0,286
90	0,207	0,269
100	0,196	0,256

Fonte: Triola (1999).

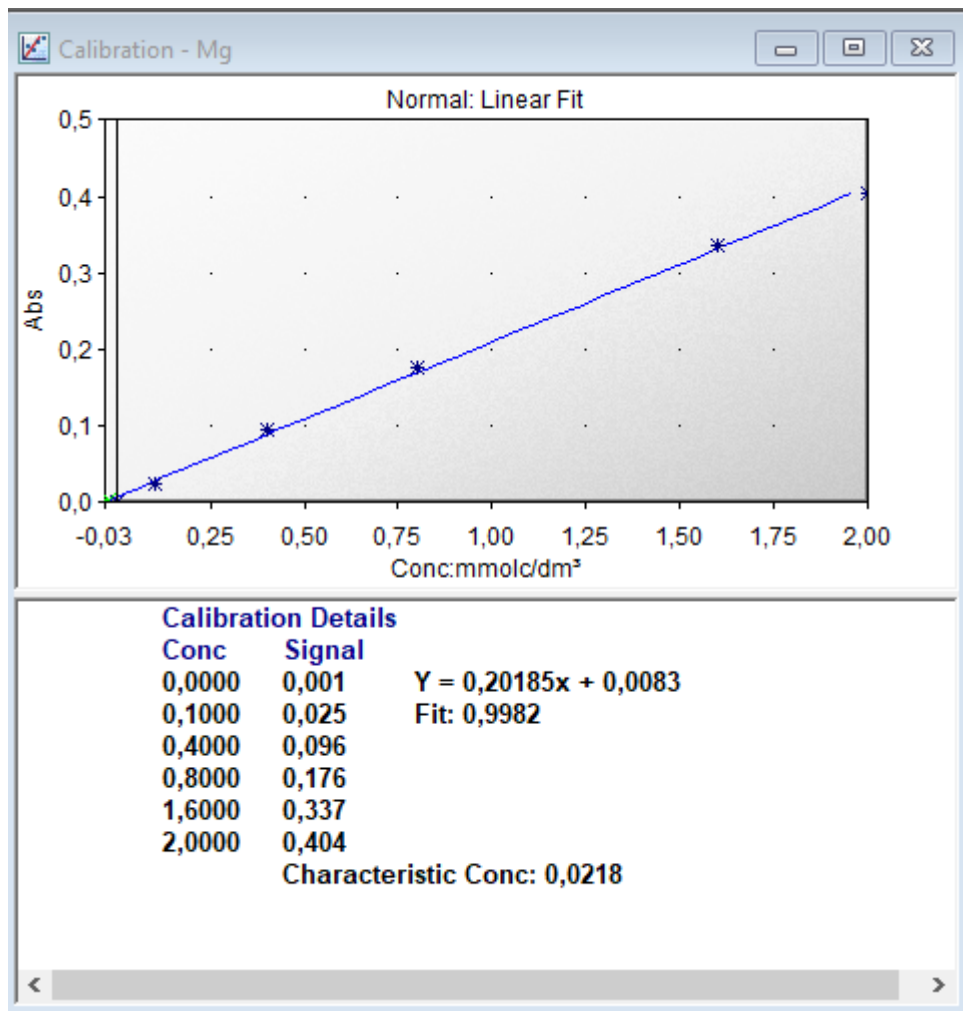
Anexo B – Curvas de calibração e resultados analíticos

Figura 5 – Curva de calibração - Análise de fósforo resina em solo



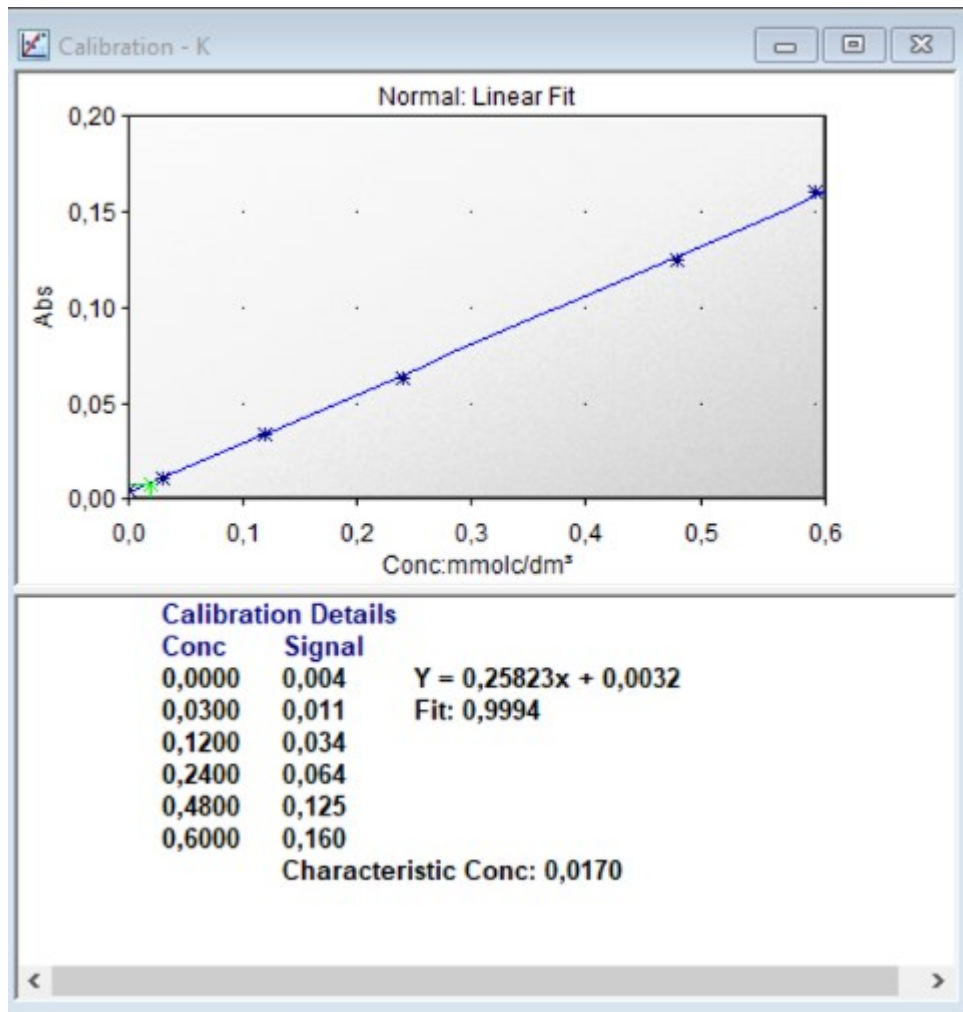
Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 6 – Curva de calibração - Análise de magnésio em solo



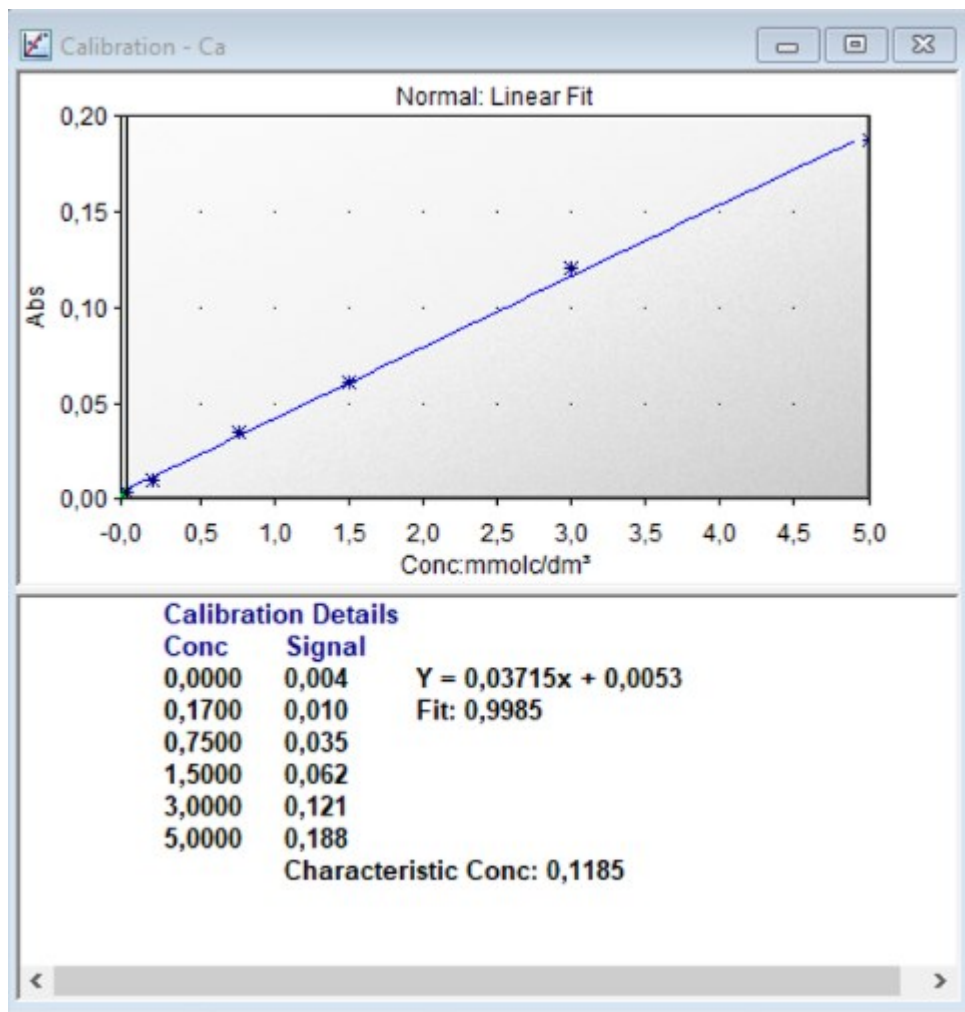
Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 7 – Curva de calibração - Análise de potássio em solo



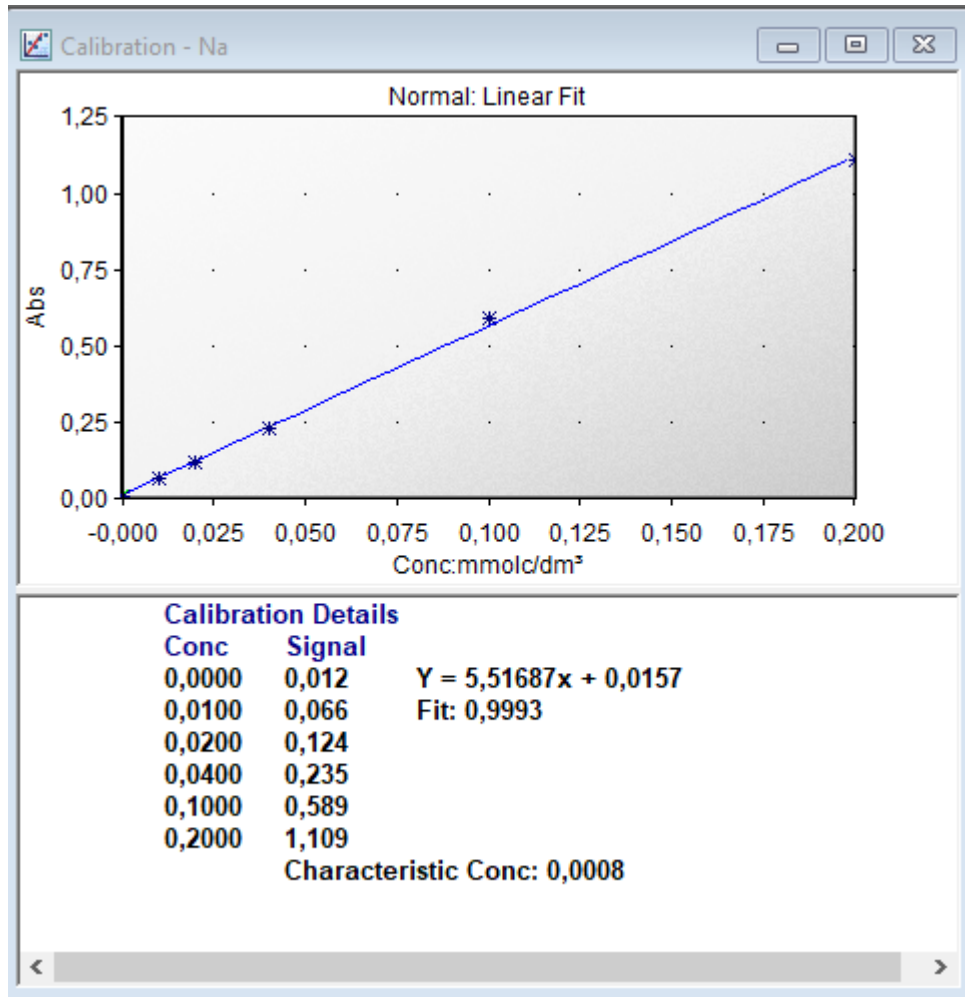
Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 8 – Curva de calibração - Análise de cálcio em solo

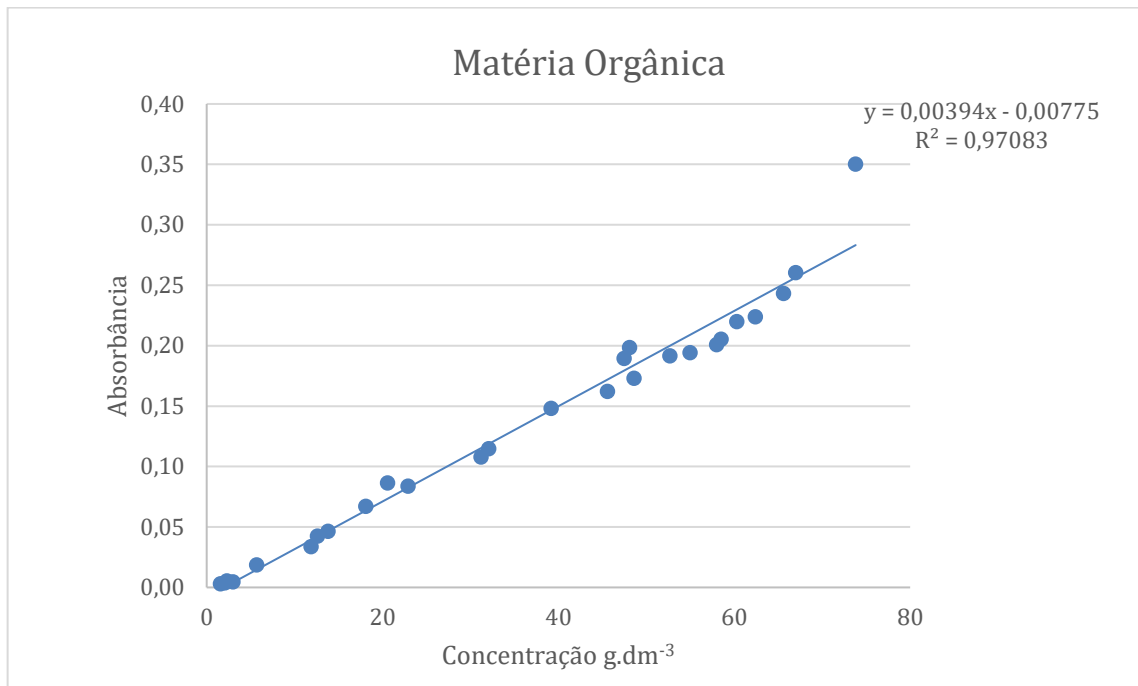


Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

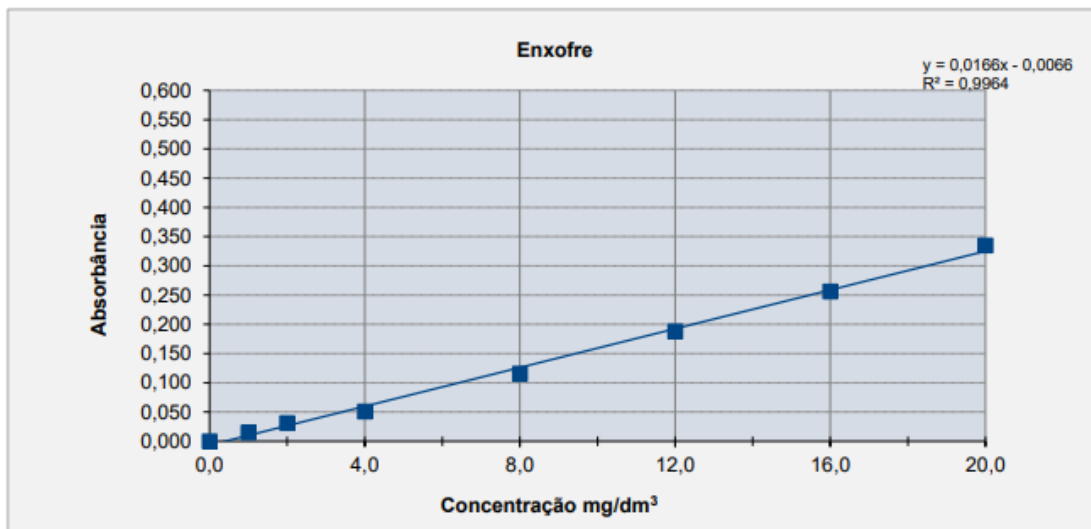
Figura 9 – Curva de calibração - Análise de sódio em solo



Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 10 – Curva de calibração - Análise de matéria orgânica em solo

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 11 – Curva de calibração - Análise de enxofre em solo

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 12 – Curva de calibração - Análise de micronutrientes em solo, configurações ICP-OES e resultados das amostras

Summary

Worksheet Name COA 33335.esws Created Date/Time (local) 11/26/2020 10:01:09 AM
 Instrument Name MY16251010 Created Date/Time (GMT) 11/26/2020 1:01:09 PM
 Software Version 7.5.4.11997 Workstation Name 1307-C0486
 Firmware Version 5444 Report Generated By FUNDACAOABC/labclab.icp

File Path C:\Users\labclab.icp\Documents\Agilent\ICP Expert\My Results\Resultados_2020\Solos e plantas\Micro Solos\COA 33335.esws

Notes

Configuration

Sample Introduction Agilent SPS 4 Drift Correction Argon Lines True
 AVS67 Enabled False Peak Lines Used C 193.027, Ar 565.070, Ar 645.918, Ar 675.283, Ar 699.217, Ar 704.096

AVS4 Enabled False QC Enabled True
 IsoMist Enabled False IEC Enabled False
 Oxygen Injection On False Custom Replicates Enabled False

Elements

Element	Wavelength (nm)	Label	Type	Internal Standard	Background Correction	Pixels	Calibration Fit	Condition Set
Cu	213.598	Cu (213.598 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Fe	238.204	Fe (238.204 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mn	293.931	Mn (293.931 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Zn	213.857	Zn (213.857 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1

Common Conditions

Replicate Count 3 Intelligent Rinse Enabled False
 Pump Speed (rpm) 12 AVS67 Enabled False
 Sample Uptake Time (s) 15 Uptake Delay (s)
 Sample Uptake Fast Pump True Uptake Rate (mL/min)
 Rinse Time (s) 30 Injection Rate (mL/min)
 Rinse Time Fast Pump True Bubble Injection Time (s)
 Rinse Port Position Preemptive Rinse Time (s)

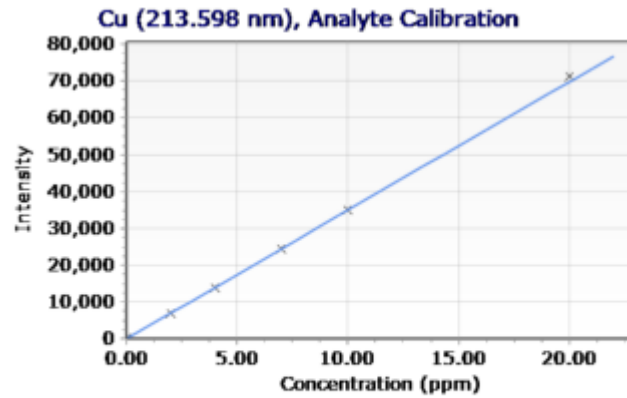
Condition Set Title Condition Set: 1

Read Time (s) 5
 RF Power (KW) 1.2
 Stabilization Time (s) 8
 Viewing Mode Axial
 Viewing Height (mm)
 Nebulizer Flow (L/min) 0.7
 Plasma Flow (L/min) 12
 Aux Flow (L/min) 1
 Makeup Flow (L/min) 0
 Oxygen Percent (%) 0

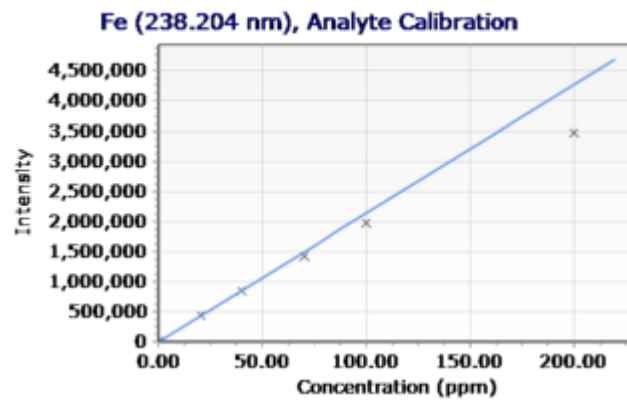
Calibrations**Standard Concentrations By Element**

Solution Label	Cu (ppm)	Fe (ppm)	Mn (ppm)	Zn (ppm)
Blank	0.00	0.00	0.00	0.00
Standard 1	0.04	0.40	0.40	0.04
Standard 2	2.00	20.00	20.00	2.00
Standard 3	4.00	40.00	40.00	4.00
Standard 4	7.00	70.00	70.00	7.00
Standard 5	10.00	100.00	100.00	10.00
Standard 6	20.00	200.00	200.00	20.00

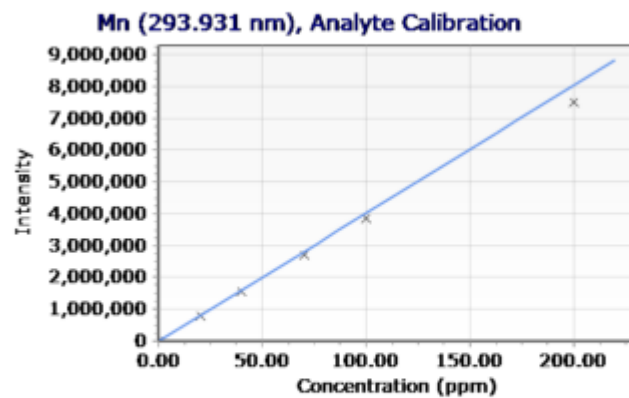
Label (Wavelength nm)	Calibration Fit	Minimum Concentration	Maximum Concentration	Calibration Error	Excess Curvature	Upward Curvature	%RSE Limit
Cu (213.598 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	22.00 ppm	80 %			
Fe (238.204 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	220.00 ppm	80 %			
Mn (293.931 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	220.00 ppm	80 %			
Zn (213.857 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	22.00 ppm	80 %			



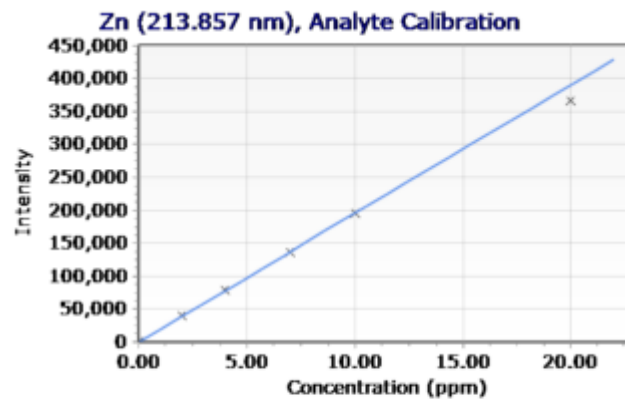
Intensity = 3491.63950819 * Concentration + 18.73165505
 Correlation coefficient: 0.99995
 %RSE:1.27377643



Intensity = 21346.08639232 * Concentration + 745.98249395
 Correlation coefficient: 0.99662
 %RSE:12.19759930



Intensity = 40187.49068969 * Concentration + 230.60018042
 Correlation coefficient: 0.99990
 %RSE:4.98950550

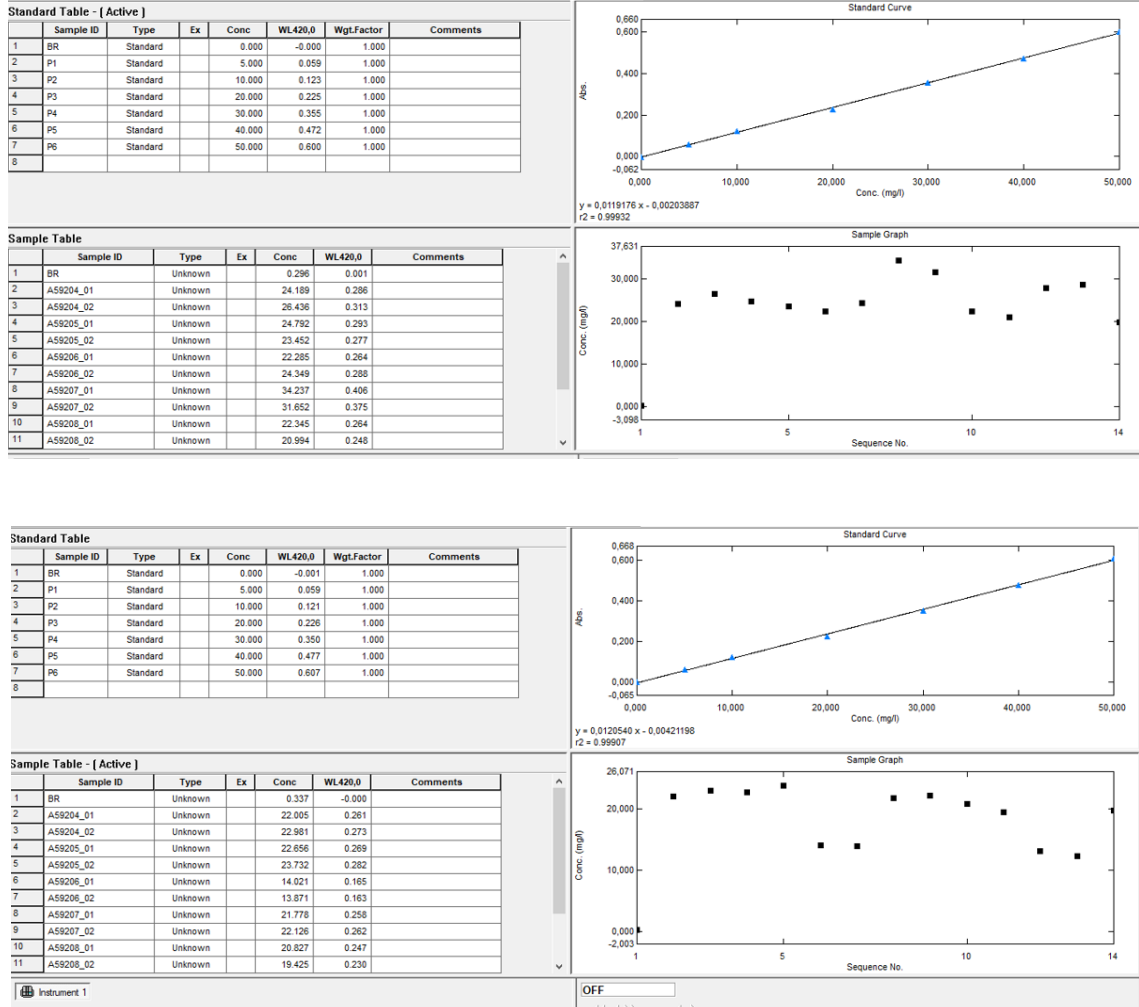


Intensity = 19526.13064118 * Concentration + 165.28042379
 Correlation coefficient: 0.99940
 %RSE:3.32391033

Solution Label	Cu (213.598 nm)	Fe (238.204 nm)	Mn (293.931 nm)	Zn (213.857 nm)
Continuing Calibration Verification	4.96 (ppm)	49.06 (ppm)	48.24 (ppm)	5.01 (ppm)
SL.C.03	9.00 (ppm)	81.87 (ppm)	85.18 (ppm)	2.02 (ppm)
SL.C.04	1.74 (ppm)	36.17 (ppm)	25.70 (ppm)	3.42 (ppm)
59180/2020	10.12 (ppm)	138.20 (ppm)	4.73 (ppm)	24.10 (ppm)
59181/2020	5.94 (ppm)	156.79 (ppm)	1.97 (ppm)	13.21 (ppm)
59182/2020	1.59 (ppm)	130.77 (ppm)	0.44 (ppm)	1.64 (ppm)
59183/2020	5.01 (ppm)	107.06 (ppm)	2.54 (ppm)	14.35 (ppm)
59184/2020	4.30 (ppm)	112.60 (ppm)	1.06 (ppm)	10.14 (ppm)
59185/2020	1.68 (ppm)	104.30 (ppm)	0.29 (ppm)	2.41 (ppm)
59186/2020	4.80 (ppm)	118.90 (ppm)	5.48 (ppm)	11.28 (ppm)
59187/2020	2.41 (ppm)	127.58 (ppm)	0.95 (ppm)	4.00 (ppm)
59188/2020	0.76 (ppm)	80.88 (ppm)	0.12 (ppm)	0.72 (ppm)
59189/2020	5.83 (ppm)	95.55 (ppm)	1.38 (ppm)	27.60 (ppm)
59190/2020	5.91 (ppm)	109.51 (ppm)	0.90 (ppm)	27.91 (ppm)
59191/2020	2.64 (ppm)	97.01 (ppm)	0.53 (ppm)	10.61 (ppm)
59192/2020	5.45 (ppm)	111.01 (ppm)	1.65 (ppm)	19.18 (ppm)
59193/2020	4.45 (ppm)	118.35 (ppm)	0.60 (ppm)	13.38 (ppm)
59194/2020	1.21 (ppm)	73.98 (ppm)	0.25 (ppm)	2.13 (ppm)
59195/2020	5.04 (ppm)	117.31 (ppm)	2.97 (ppm)	16.18 (ppm)
59196/2020	2.88 (ppm)	112.51 (ppm)	0.69 (ppm)	8.17 (ppm)
59197/2020	0.62 (ppm)	45.19 (ppm)	0.11 (ppm)	0.52 (ppm)
SL.C.03	8.65 (ppm)	80.27 (ppm)	79.09 (ppm)	1.94 (ppm)
SL.C.04	1.73 (ppm)	35.46 (ppm)	24.80 (ppm)	3.47 (ppm)
Continuing Calibration Verification	4.81 (ppm)	47.82 (ppm)	47.25 (ppm)	4.91 (ppm)

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 13 – Curva de calibração - Análise de enzimas em solo



Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 14 – Curva de calibração - análise de macro e micronutrientes em tecido vegetal, configurações ICP-OES e resultados das amostras

Summary

Worksheet Name COA_33218_33254_33337.esws Created Date/Time (local) 11/26/2020 1:16:00 PM
 Instrument Name MY16251010 Created Date/Time (GMT) 11/26/2020 4:16:00 PM
 Software Version 7.5.4.11997 Workstation Name 1307-C0486
 Firmware Version 5444 Report Generated By FUNDACAOABC\labclab.icp

File Path C:\Users\labclab.icp\Documents\Agilent\ICP Expert\My Results\Resultados_2020\Solos e plantas\Plantas\COA_33218_33254_33337.esws

Notes

Configuration

Sample Introduction Agilent SPS 4 Drift Correction Argon Lines True
 AVS67 Enabled False Peak Lines Used C 193.027, Ar 565.070, Ar 645.918, Ar 675.283, Ar 699.217, Ar 704.096
 AVS4 Enabled False QC Enabled True
 IsoMist Enabled False IEC Enabled False
 Oxygen Injection On False Custom Replicates Enabled False

Elements

Element	Wavelength (nm)	Label	Type	Internal Standard	Background Correction	Pixels	Calibration Fit	Condition Set
B	249.772	B (249.772 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ca	317.933	Ca (317.933 nm)	Analyte		Fitted	2	Quadratic Weighted	1
Cu	327.395	Cu (327.395 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Fe	238.204	Fe (238.204 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
K	769.897	K (769.897 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mg	279.800	Mg (279.800 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mn	257.610	Mn (257.610 nm)	Analyte		Fitted	2	Quadratic Weighted	1
P	178.222	P (178.222 nm)	Analyte		Fitted	2	Quadratic Weighted	1
S	181.972	S (181.972 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Zn	213.857	Zn (213.857 nm)	Analyte		Fitted	2	Quadratic Weighted	1

Common Conditions

Replicate Count	3	Intelligent Rinse Enabled	False
Pump Speed (rpm)	12	AVS67 Enabled	False
Sample Uptake Time (s)	15	Uptake Delay (s)	
Sample Uptake Fast Pump	True	Uptake Rate (mL/min)	
Rinse Time (s)	30	Injection Rate (mL/min)	
Rinse Time Fast Pump	True	Bubble Injection Time (s)	
Rinse Port Position		Preemptive Rinse Time (s)	

Condition Set Title Condition Set: 1

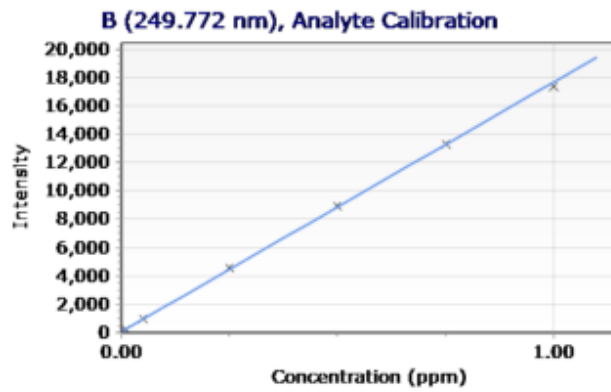
Read Time (s)	5
RF Power (KW)	1.1
Stabilization Time (s)	8
Viewing Mode	Axial
Viewing Height (mm)	
Nebulizer Flow (L/min)	0.7
Plasma Flow (L/min)	12
Aux Flow (L/min)	1
Makeup Flow (L/min)	0
Oxygen Percent (%)	0

Calibrations

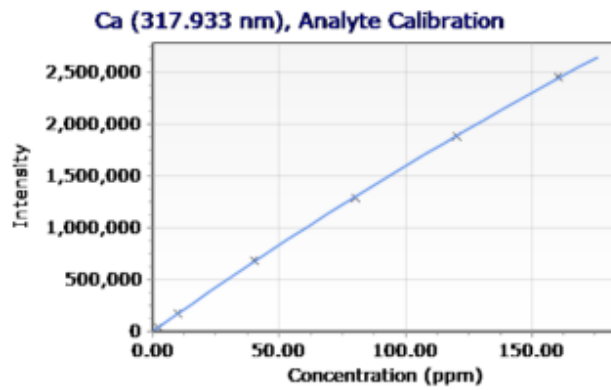
Standard Concentrations By Element

Solution Label	B (ppm)	Ca (ppm)	Cu (ppm)	Fe (ppm)	K (ppm)	Mg (ppm)	Mn (ppm)
Blank	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Standard 1	0.01	2.00	0.01	0.10	20.00	2.00	0.05
Standard 2	0.05	10.00	0.05	0.50	50.00	8.00	0.25
Standard 3	0.25	40.00	0.25	2.50	100.00	16.00	1.25
Standard 4	0.50	80.00	0.50	5.00	200.00	24.00	2.50
Standard 5	0.75	120.00	0.75	7.50	300.00	32.00	3.75
Standard 6	1.00	160.00	1.00	10.00	400.00	40.00	5.00

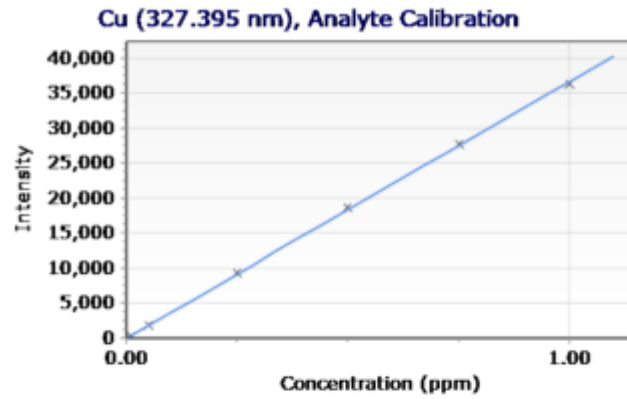
Label (Wavelength nm)	Calibration Fit	Minimum Concentration	Maximum Concentration	Calibration Error	Excess Curvature	Upward Curvature	%RSE Limit
B (249.772 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	1.10 ppm	20 %			



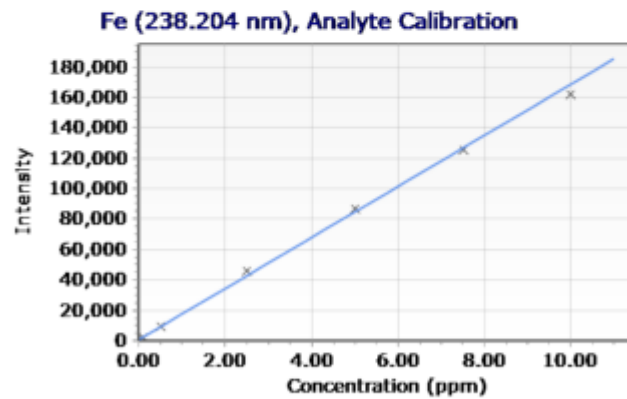
Intensity = 17600.00865879 * Concentration + 102.40977847
Correlation coefficient: 0.99988
%RSE:4.59501149



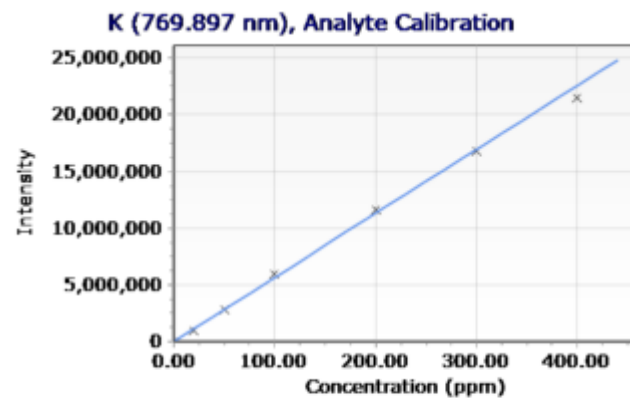
Intensity = 3104.74479320 + 17238.99408482 * Concentration - 12.77512125 * Concentration²
Correlation coefficient: 0.99994
%RSE:1.33585064



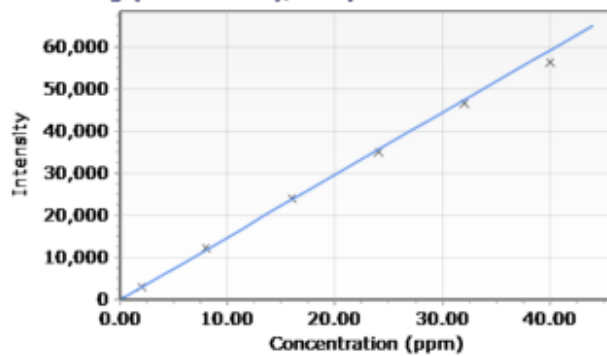
Intensity = 36625.32711205 * Concentration + 29.54561653
 Correlation coefficient: 0.99987
 %RSE:2.40140634



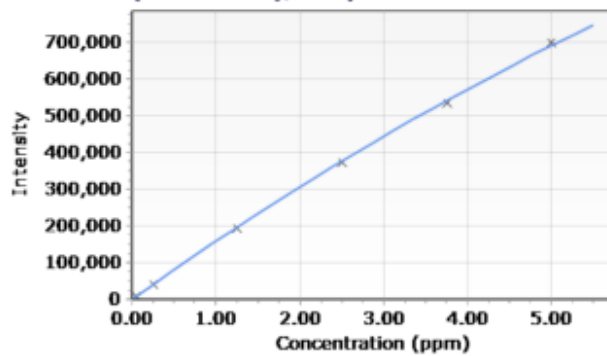
Intensity = 16834.61183941 * Concentration + 562.08026605
 Correlation coefficient: 0.99934
 %RSE:6.91557511



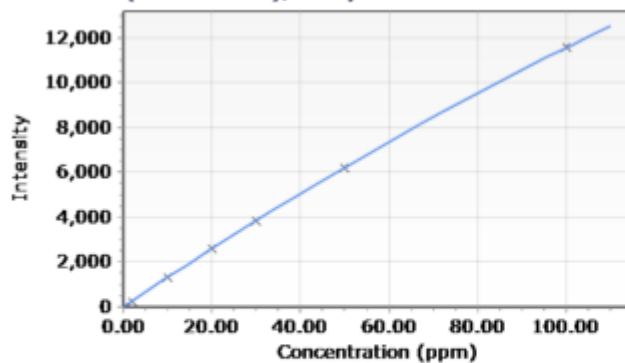
Intensity = 56473.74559743 * Concentration + 11960.64497435
 Correlation coefficient: 0.99892
 %RSE:6.98828258

Mg (279.800 nm), Analyte Calibration

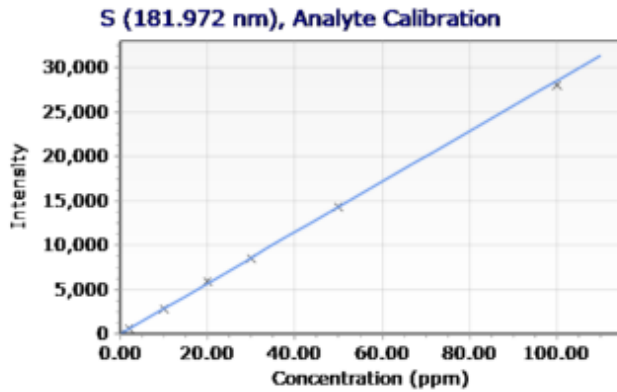
Intensity = 1481.33597166 * Concentration + 43.34257601
 Correlation coefficient: 0.99944
 %RSE:4.27126935

Mn (257.610 nm), Analyte Calibration

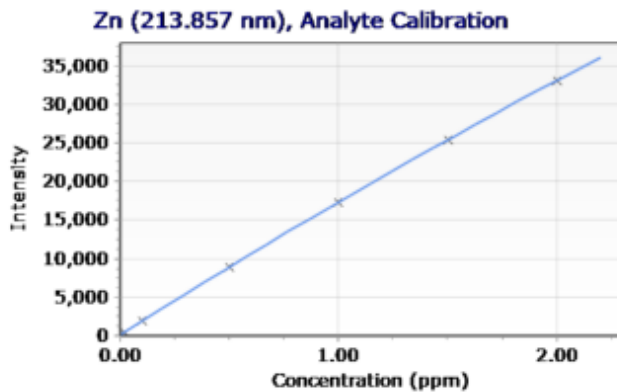
Intensity = 164.96386194 + 163113.12461870 * Concentration - 4951.87732718 * Concentration²
 Correlation coefficient: 0.99985

P (178.222 nm), Analyte Calibration

Intensity = 9.38644786 + 133.30906925 * Concentration - 0.17815906 * Concentration²
 Correlation coefficient: 1.00000
 %RSE:1.12854674



Intensity = 285.74350505 * Concentration + 22.32136886
 Correlation coefficient: 0.99992
 %RSE:1.79824323



Intensity = 162.72399222 + 17926.23793339 * Concentration - 720.62097599 * Concentration²
 Correlation coefficient: 1.00000
 %RSE:6.75987207

Solution Label	B (249.772 nm)	Ca (317.933 nm)	Cu (327.395 nm)	Fe (238.204 nm)	K (769.897 nm)	Mg (279.800 nm)	Mn (257.610 nm)
am -02-33-19	21.22973 (mg/kg)	6.838 (g/kg)	11.853 (mg/kg)	1233.649 (mg/kg)	17.184 (g/kg)	2.086 (g/kg)	87.574 (mg/kg)
59198/2020	5.74245 (mg/kg)	3.554 (g/kg)	9.365 (mg/kg)	94.286 (mg/kg)	50.588 (g/kg)	3.100 (g/kg)	8.271 (mg/kg)
59199/2020	6.17533 (mg/kg)	4.076 (g/kg)	13.148 (mg/kg)	111.662 (mg/kg)	48.468 (g/kg)	4.333 (g/kg)	17.173 (mg/kg)
59200/2020	6.64436 (mg/kg)	4.449 (g/kg)	12.617 (mg/kg)	110.824 (mg/kg)	40.735 (g/kg)	3.572 (g/kg)	34.216 (mg/kg)
59201/2020	5.84061 (mg/kg)	4.534 (g/kg)	14.179 (mg/kg)	331.206 (mg/kg)	43.842 (g/kg)	3.822 (g/kg)	10.986 (mg/kg)
59202/2020	6.58163 (mg/kg)	4.430 (g/kg)	18.421 (mg/kg)	1249.684 (mg/kg)	44.546 (g/kg)	3.574 (g/kg)	23.904 (mg/kg)
59203/2020	5.95563 (mg/kg)	7.248 (g/kg)	15.630 (mg/kg)	264.741 (mg/kg)	17.574 (g/kg)	8.518 (g/kg)	40.887 (mg/kg)
am - 01-33-19	28.73965 (mg/kg)	48.105 (g/kg)	5.980 (mg/kg)	558.608 (mg/kg)	14.116 (g/kg)	4.340 (g/kg)	64.648 (mg/kg)
am -02-33-19	20.76300 (mg/kg)	6.695 (g/kg)	11.836 (mg/kg)	1210.486 (mg/kg)	17.020 (g/kg)	2.069 (g/kg)	86.192 (mg/kg)
Continuing Calibration Verification	0.09757 (mg/kg)	0.020 (g/kg)	0.100 (mg/kg)	1.049 (mg/kg)	0.042 (g/kg)	0.010 (g/kg)	0.483 (mg/kg)
am - 01-33-19	32.60457 (mg/kg)	54.517 (g/kg)	5.732 (mg/kg)	676.167 (mg/kg)	12.262 (g/kg)	5.191 (g/kg)	77.382 (mg/kg)

Solution Label	P (178.222 nm)	S (181.972 nm)	Zn (213.857 nm)
am -02-33-19	0.875 (g/kg)	1.185 (g/kg)	33.655 (mg/kg)
59198/2020	4.255 (g/kg)	2.096 (g/kg)	33.898 (mg/kg)
59199/2020	3.346 (g/kg)	2.244 (g/kg)	46.119 (mg/kg)
59200/2020	3.300 (g/kg)	2.377 (g/kg)	45.003 (mg/kg)
59201/2020	3.523 (g/kg)	2.544 (g/kg)	44.151 (mg/kg)
59202/2020	3.228 (g/kg)	2.264 (g/kg)	60.053 (mg/kg)
59203/2020	2.982 (g/kg)	2.422 (g/kg)	72.260 (mg/kg)
am - 01-33-19	2.182 (g/kg)	7.532 (g/kg)	16.896 (mg/kg)
am -02-33-19	0.866 (g/kg)	1.166 (g/kg)	32.942 (mg/kg)
Continuing Calibration Verification	0.004 (g/kg)	0.004 (g/kg)	0.190 (mg/kg)
am - 01-33-19	2.629 (g/kg)	9.589 (g/kg)	16.036 (mg/kg)

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 15 – Curva de calibração - análise de elementos potencialmente tóxicos em tecido vegetal, configurações ICP-OES e resultados das amostras

Summary

Worksheet Name	COA 33254_33337.esws	Created Date/Time (local)	12/2/2020 11:46:04 AM
Instrument Name	MY16251010	Created Date/Time (GMT)	12/2/2020 2:46:04 PM
Software Version	7.5.4.11997	Workstation Name	1307-C0486
Firmware Version	5444	Report Generated By	FUNDACAOABC\labclab.icp

File Path C:\Users\labclab.icp\Documents\Agilent\ICP Expert\My Results\Resultados_2020\Solos e plantas\Plantas\metais pesados\COA 33254_33337.esws

Notes

Configuration

Sample Introduction	Agilent SPS 4	Drift Correction Argon Lines	True
AVS67 Enabled	False	Peak Lines Used	C 193.027, Ar 565.070, Ar 645.918, Ar 675.283, Ar 699.217, Ar 704.096
AVS4 Enabled	False	QC Enabled	True
IsoMist Enabled	False	IEC Enabled	False
Oxygen Injection On	False	Custom Replicates Enabled	False

Elements

Element	Wavelength (nm)	Label	Type	Internal Standard	Background Correction	Pixels	Calibration Fit	Condition Set
Al	396.152	Al (396.152 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	228.812	As (228.812 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ba	455.403	Ba (455.403 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cd	228.802	Cd (228.802 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Co	230.786	Co (230.786 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cr	267.716	Cr (267.716 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mo	202.032	Mo (202.032 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ni	231.604	Ni (231.604 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Pb	220.353	Pb (220.353 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Se	196.026	Se (196.026 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Sr	421.552	Sr (421.552 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1

Common Conditions

Replicate Count	3	Intelligent Rinse Enabled	False
Pump Speed (rpm)	12	AVS67 Enabled	False
Sample Uptake Time (s)	15	Uptake Delay (s)	
Sample Uptake Fast Pump	True	Uptake Rate (mL/min)	
Rinse Time (s)	30	Injection Rate (mL/min)	
Rinse Time Fast Pump	True	Bubble Injection Time (s)	
Rinse Port Position		Preemptive Rinse Time (s)	

Condition Set Title Condition Set: 1

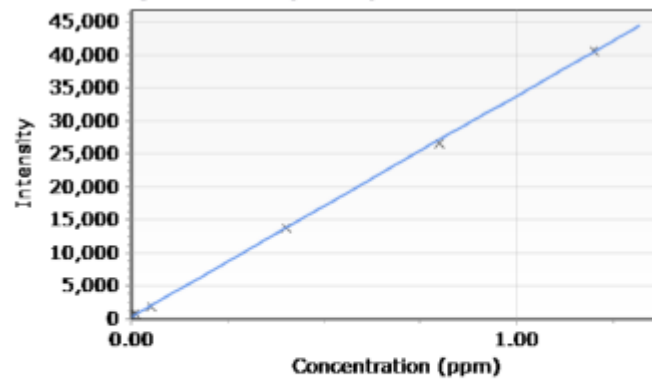
Read Time (s)	8
RF Power (KW)	1.2
Stabilization Time (s)	15
Viewing Mode	Axial
Viewing Height (mm)	
Nebulizer Flow (L/min)	0.8
Plasma Flow (L/min)	12
Aux Flow (L/min)	1
Makeup Flow (L/min)	0
Oxygen Percent (%)	0

Calibrations

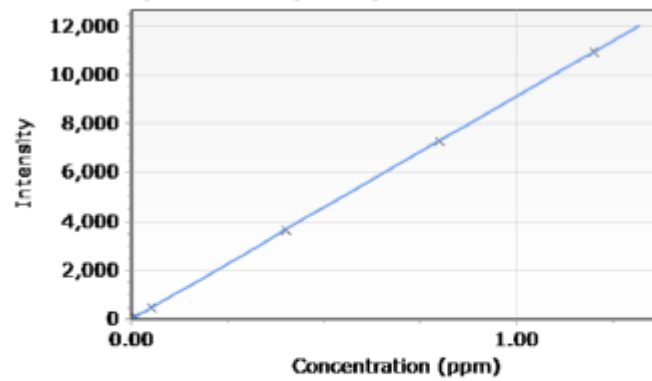
Standard Concentrations By Element

Solution Label	Al (ppm)	As (ppm)	Ba (ppm)	Cd (ppm)	Co (ppm)	Cr (ppm)	Mo (ppm)
Blank	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Standard 1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Standard 2	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Standard 3	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
Standard 4	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
Standard 5	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20

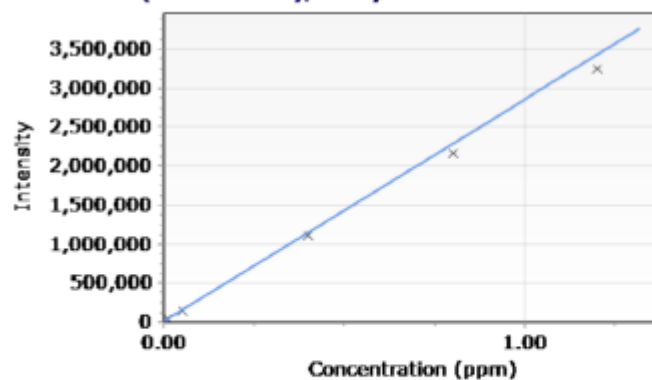
Label (Wavelength nm)	Calibration Fit	Minimum Concentration	Maximum Concentration	Calibration Error	Excess Curvature	Upward Curvature	%RSE Limit
Al (396.152 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	1.32 ppm	100 %			
As (228.812 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	1.32 ppm	100 %			

Al (396.152 nm), Analyte Calibration

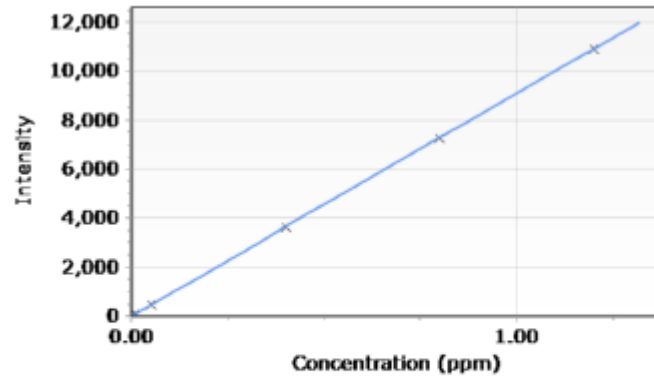
Intensity = 33528.87622721 * Concentration + 352.93170244
Correlation coefficient: 0.99986
%RSE:45.87677617

As (228.812 nm), Analyte Calibration

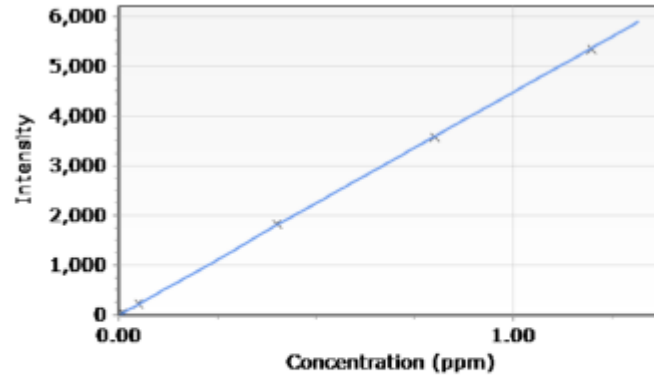
Intensity = 9128.87650767 * Concentration + 9.70972489
Correlation coefficient: 1.00000
%RSE:1.11980681

Ba (455.403 nm), Analyte Calibration

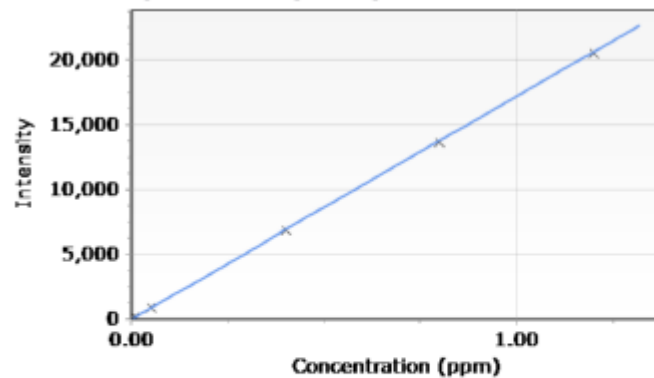
Intensity = 2850225.30791069 * Concentration + 8834.85662126
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:5.29251898

Cd (228.802 nm), Analyte Calibration

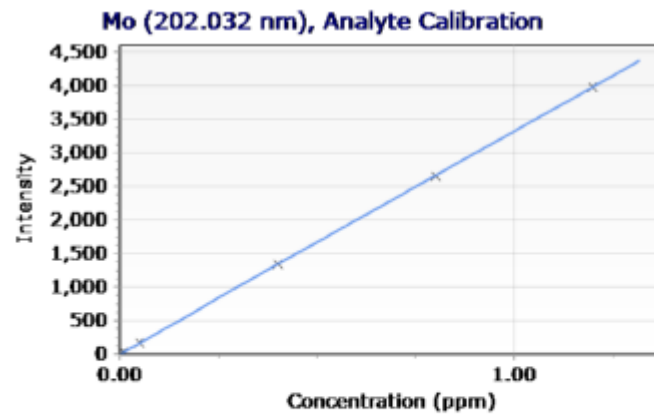
Intensity = 9099.84479947 * Concentration + 9.65590440
 Correlation coefficient: 1.00000
 %RSE:1.10412130

Co (230.786 nm), Analyte Calibration

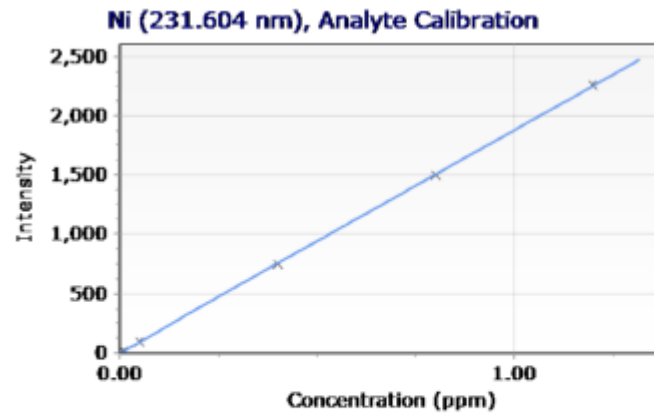
Intensity = 4477.94151539 * Concentration + 5.67109669
 Correlation coefficient: 0.99997
 %RSE:4.10586605

Cr (267.716 nm), Analyte Calibration

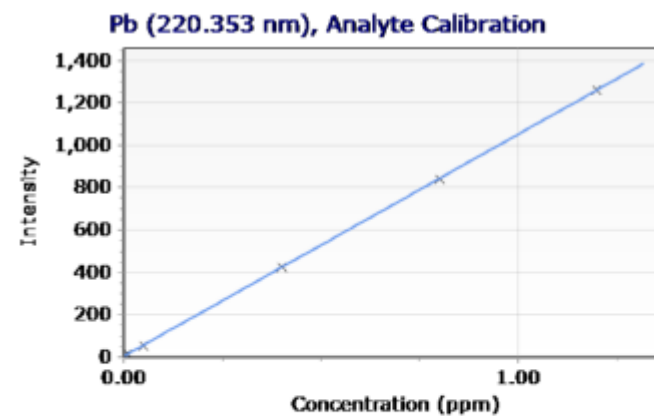
Intensity = 17153.63059856 * Concentration + 17.37200296
 Correlation coefficient: 0.99999
 %RSE:1.66101130



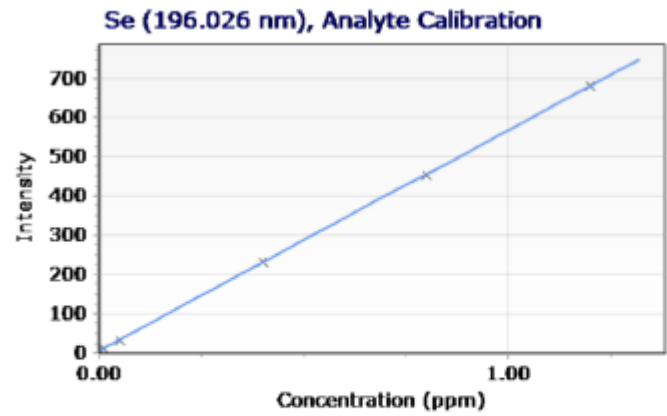
Intensity = 3316.56721798 * Concentration + 5.99466427
 Correlation coefficient: 0.99999
 %RSE:2.32536291



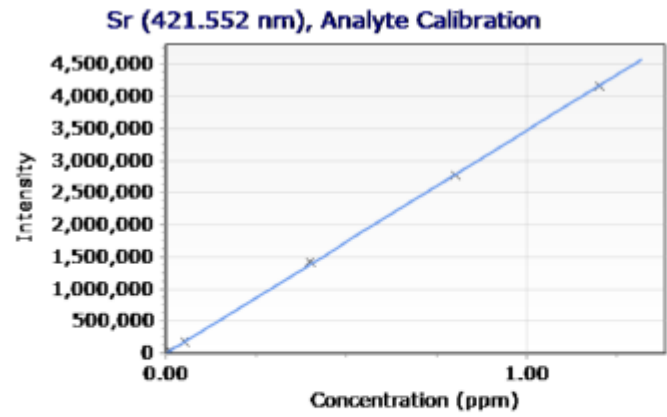
Intensity = 1875.28336127 * Concentration + 3.90935912
 Correlation coefficient: 0.99999
 %RSE:1.34693529



Intensity = 1049.12427044 * Concentration + 3.73517809
 Correlation coefficient: 0.99999
 %RSE:2.66037114



Intensity = 563.92202423 * Concentration + 5.30520215
 Correlation coefficient: 0.99998
 %RSE:2.19314023



Intensity = 3472431.12970593 * Concentration + 273.16681346
 Correlation coefficient: 0.99998
 %RSE:3.12588495

Results

Solution Label	Al (396.152 nm)	As (228.812 nm)	Ba (455.403 nm)	Cd (228.802 nm)	Co (230.786 nm)	Cr (267.716 nm)	Mo (202.032 nm)
Continuing Calibration Verification	0.115 Q (ppm)	0.100 (ppm)	0.097 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)	0.101 (ppm)	0.099 (ppm)
am 01-33-19	495.840 o (ppm)	0.132 (ppm)	218.614 (ppm)	0.128 (ppm)	0.292 (ppm)	0.930 (ppm)	0.593 (ppm)
am 02-33-19	1096.921 o (ppm)	0.206 (ppm)	23.799 (ppm)	0.203 (ppm)	0.205 (ppm)	2.341 (ppm)	0.505 (ppm)
59198/2020	138.269 (ppm)	0.091 (ppm)	8.087 (ppm)	0.098 (ppm)	-0.059 u (ppm)	0.816 (ppm)	2.138 (ppm)

Solution Label	Al (396.152 nm)	As (228.812 nm)	Ba (455.403 nm)	Cd (228.802 nm)	Co (230.786 nm)	Cr (267.716 nm)	Mo (202.032 nm)
59199/2020	259.377 o (ppm)	0.078 u (ppm)	12.601 (ppm)	0.079 u (ppm)	-0.082 u (ppm)	0.819 (ppm)	1.375 (ppm)
59200/2020	375.037 o (ppm)	0.064 u (ppm)	17.934 (ppm)	0.060 u (ppm)	0.120 (ppm)	1.036 (ppm)	0.689 (ppm)
59201/2020	2959.332 o (ppm)	0.156 (ppm)	20.551 (ppm)	0.156 (ppm)	0.218 (ppm)	1.829 (ppm)	2.334 (ppm)
59202/2020	9846.521 o (ppm)	0.259 (ppm)	43.125 (ppm)	0.257 (ppm)	0.328 (ppm)	5.477 (ppm)	1.640 (ppm)
59203/2020	2261.186 o (ppm)	0.112 (ppm)	10.858 (ppm)	0.111 (ppm)	-0.046 u (ppm)	2.218 (ppm)	0.694 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.113 Q (ppm)	0.101 (ppm)	0.096 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)

Solution Label	Ni (231.604 nm)	Pb (220.353 nm)	Se (196.026 nm)	Sr (421.552 nm)
Continuing Calibration Verification	0.101 (ppm)	0.098 (ppm)	0.102 (ppm)	0.103 (ppm)
am 01-33-19	0.779 (ppm)	0.838 (ppm)	1.857 (ppm)	199.917 (ppm)
am 02-33-19	1.274 (ppm)	1.015 (ppm)	0.511 u (ppm)	37.074 (ppm)
59198/2020	0.202 u (ppm)	0.452 (ppm)	1.723 (ppm)	11.479 (ppm)

Solution Label	Ni (231.604 nm)	Pb (220.353 nm)	Se (196.026 nm)	Sr (421.552 nm)
59199/2020	0.621 (ppm)	1.273 (ppm)	1.074 (ppm)	11.532 (ppm)
59200/2020	0.633 (ppm)	0.909 (ppm)	0.253 u (ppm)	15.571 (ppm)
59201/2020	0.658 (ppm)	1.391 (ppm)	0.658 (ppm)	12.533 (ppm)
59202/2020	1.670 (ppm)	3.492 (ppm)	-0.016 u (ppm)	14.499 (ppm)
59203/2020	0.850 (ppm)	1.797 (ppm)	0.599 (ppm)	19.795 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.100 (ppm)	0.101 (ppm)	0.099 (ppm)	0.103 (ppm)

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).

Figura 16 – Curva de calibração - análise de elementos potencialmente tóxicos em solos, configurações ICP-OES e resultados das amostras

Summary

Worksheet Name	COA 33336.esws	Created Date/Time (local)	12/1/2020 1:19:42 PM
Instrument Name	MY16251010	Created Date/Time (GMT)	12/1/2020 4:19:42 PM
Software Version	7.5.4.11997	Workstation Name	1307-C0486
Firmware Version	5444	Report Generated By	FUNDACAOABC\abclab.icp

File Path C:\Users\abclab.icp\Documents\Agilent\ICP Expert\My Results\Resultados_2020\Solos e plantas\Metais pesados\COA 33336.esws

Notes

Configuration

Sample Introduction	Agilent SPS 4	Drift Correction Argon Lines	True
AVS67 Enabled	False	Peak Lines Used	C 193.027, Ar 565.070, Ar 645.918, Ar 675.283, Ar 699.217, Ar 704.096
AVS4 Enabled	False	QC Enabled	True
IsoMist Enabled	False	IEC Enabled	False
Oxygen Injection On	False	Custom Replicates Enabled	False

Elements

Element	Wavelength (nm)	Label	Type	Internal Standard	Background Correction	Pixels	Calibration Fit	Condition Set
Al	308.215	Al (308.215 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Al	309.271	Al (309.271 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Al	396.152	Al (396.152 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	188.980	As (188.980 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	193.696	As (193.696 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	197.198	As (197.198 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	228.812	As (228.812 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
As	234.984	As (234.984 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ba	233.527	Ba (233.527 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ba	455.403	Ba (455.403 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ba	493.408	Ba (493.408 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ba	614.171	Ba (614.171 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cd	214.439	Cd (214.439 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cd	226.502	Cd (226.502 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1

Element	Wavelength (nm)	Label	Type	Internal Standard	Background Correction	Pixels	Calibration Fit	Condition Set
Cd	228.802	Cd (228.802 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cd	361.051	Cd (361.051 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Co	230.786	Co (230.786 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Co	236.379	Co (236.379 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Co	237.863	Co (237.863 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Co	238.892	Co (238.892 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cr	205.560	Cr (205.560 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cr	206.158	Cr (206.158 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cr	267.716	Cr (267.716 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Cr	283.563	Cr (283.563 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mo	202.032	Mo (202.032 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mo	204.598	Mo (204.598 nm)	Analyte ^a	-	Fitted	2	Linear Weighted	1
Mo	281.615	Mo (281.615 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Mo	284.824	Mo (284.824 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ni	216.555	Ni (216.555 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ni	221.648	Ni (221.648 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ni	230.299	Ni (230.299 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Ni	231.604	Ni (231.604 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Pb	182.143	Pb (182.143 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Pb	220.353	Pb (220.353 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Pb	283.305	Pb (283.305 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Pb	405.781	Pb (405.781 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Se	196.026	Se (196.026 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Se	203.985	Se (203.985 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Sr	216.596	Sr (216.596 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Sr	407.771	Sr (407.771 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Sr	421.552	Sr (421.552 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1
Sr	460.733	Sr (460.733 nm)	Analyte		Fitted	2	Linear Weighted	1

Common Conditions

Replicate Count	3	Intelligent Rinse Enabled	False
Pump Speed (rpm)	12	AVS67 Enabled	False
Sample Uptake Time (s)	15	Uptake Delay (s)	
Sample Uptake Fast Pump	True	Uptake Rate (mL/min)	
Rinse Time (s)	30	Injection Rate (mL/min)	
Rinse Time Fast Pump	True	Bubble Injection Time (s)	
Rinse Port Position		Preemptive Rinse Time (s)	

Condition Set Title Condition Set: 1

Read Time (s)	8
RF Power (KW)	1.2
Stabilization Time (s)	15
Viewing Mode	Axial
Viewing Height (mm)	
Nebulizer Flow (L/min)	0.8
Plasma Flow (L/min)	12
Aux Flow (L/min)	1
Makeup Flow (L/min)	0
Oxygen Percent (%)	0

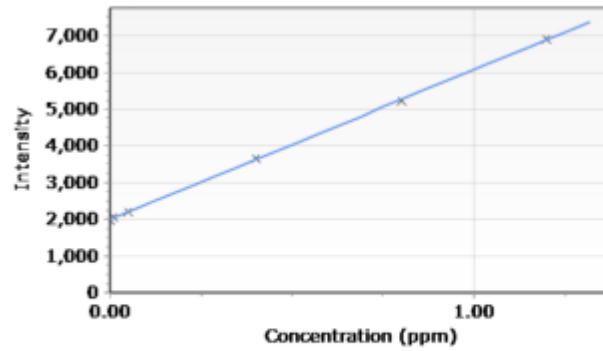
Calibrations

Standard Concentrations By Element

Solution Label	Al (ppm)	As (ppm)	Ba (ppm)	Cd (ppm)	Co (ppm)	Cr (ppm)	Mo (ppm)
Blank	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Standard 1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Standard 2	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Standard 3	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
Standard 4	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
Standard 5	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20

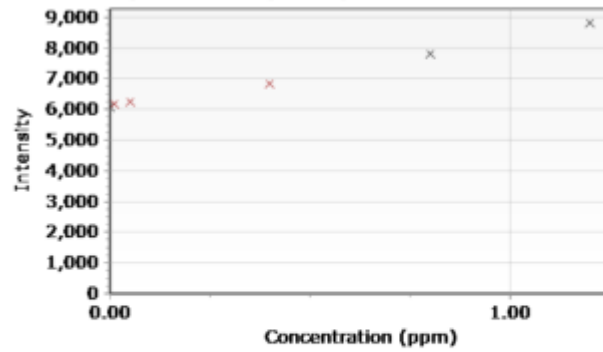
Label (Wavelength nm)	Calibration Fit	Minimum Concentration	Maximum Concentration	Calibration Error	Excess Curvature	Upward Curvature	%RSE Limit
Al (308.215 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	1.32 ppm	100 %			
Al (309.271 nm)	Linear Weighted	0.00 ppm	1.32 ppm	5 %			

Al (308.215 nm), Analyte Calibration



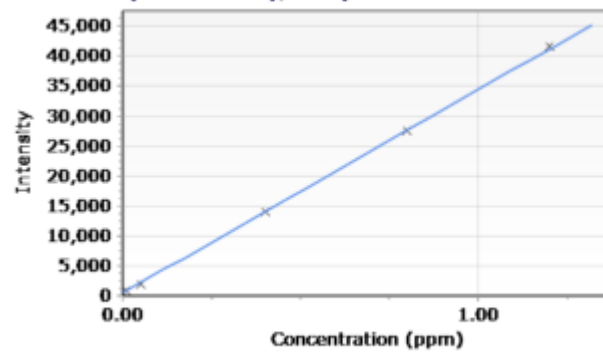
Intensity = 4089.46256198 * Concentration + 1993.17263461
 Correlation coefficient: 0.99994
 %RSE:27.55365142

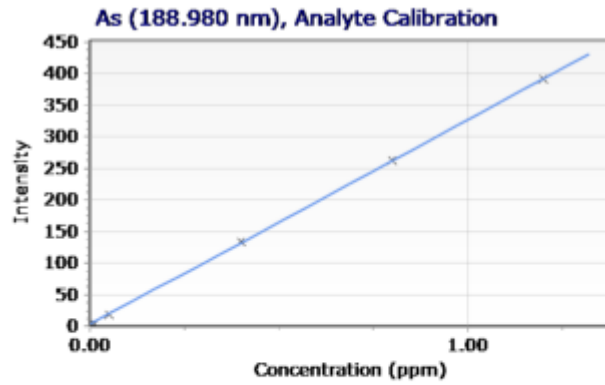
Al (309.271 nm), Analyte Calibration



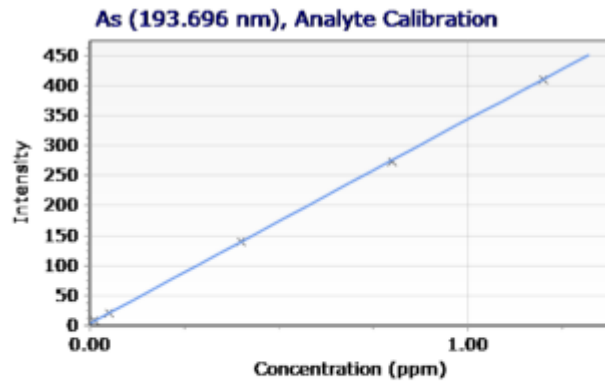
Uncalibrated (Error Cal)
 Correlation coefficient: 0.99689
 %RSE:221.48916781

Al (396.152 nm), Analyte Calibration

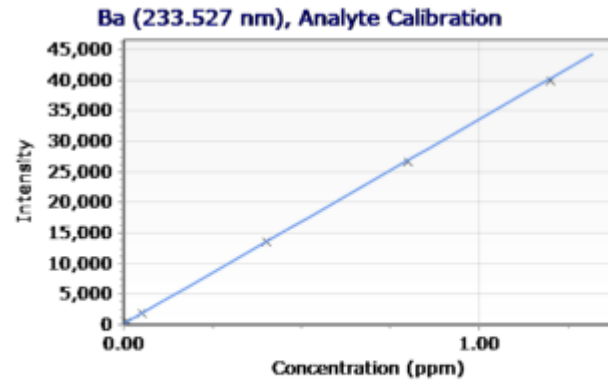




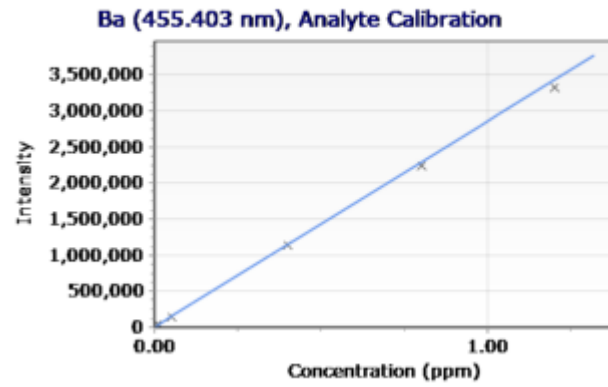
Intensity = 324.83808093 * Concentration + 2.60044504
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:31.96940739

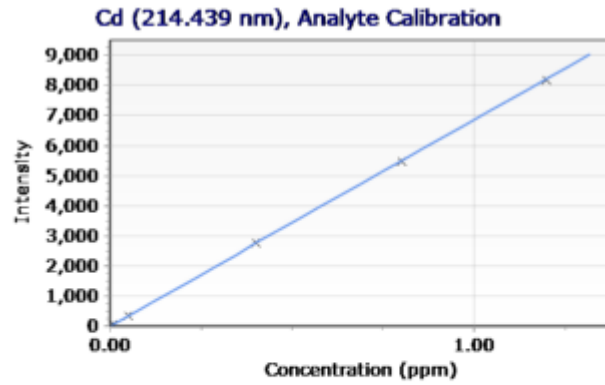


Intensity = 339.20029054 * Concentration + 4.29790823
Correlation coefficient: 0.99998
%RSE:8.12773228

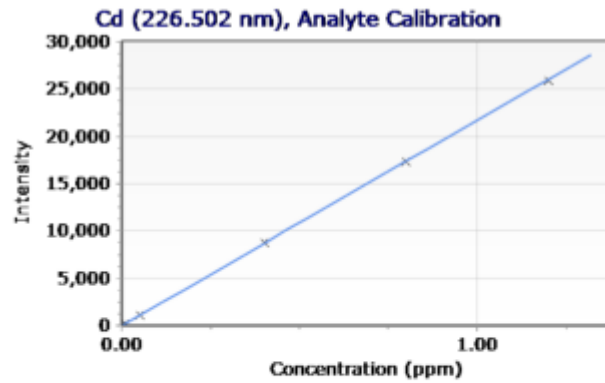


Intensity = 33507.47679313 * Concentration + 140.05349035
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:1.33018735

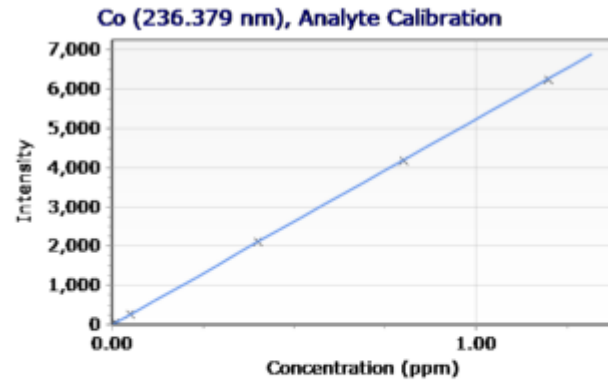




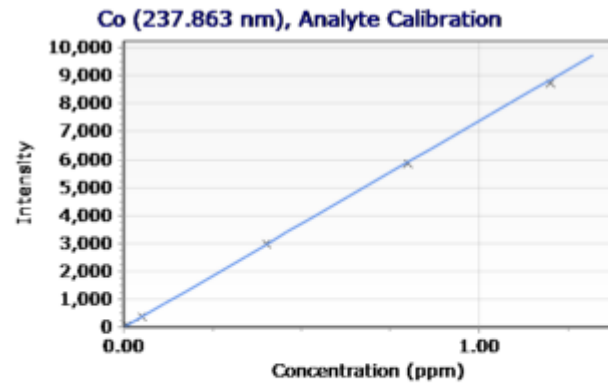
Intensity = 6854.99656340 * Concentration + 7.81283626
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:1.20958379



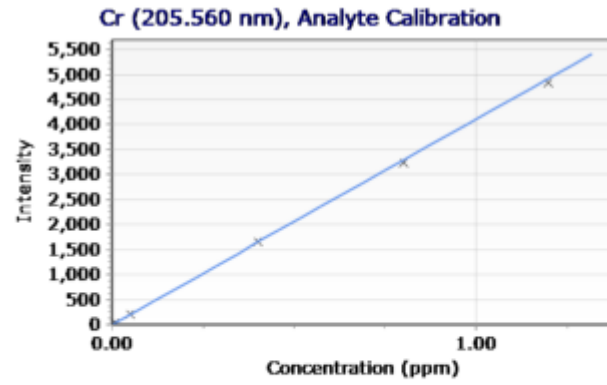
Intensity = 21713.12052821 * Concentration + 12.31504791
Correlation coefficient: 0.99999
%RSE:1.02329789



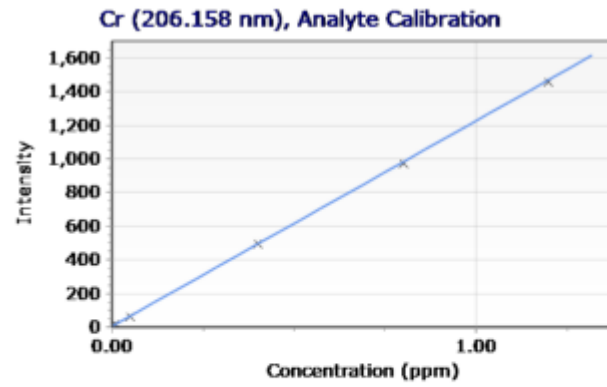
Intensity = 5227.61984927 * Concentration + 6.43573039
Correlation coefficient: 0.99998
%RSE:1.27101772



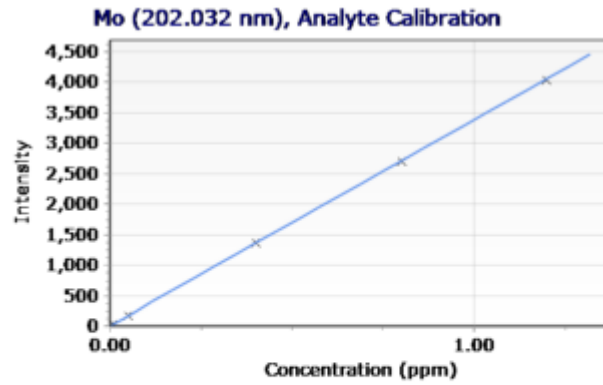
Intensity = 7384.28643135 * Concentration + 4.94755460
Correlation coefficient: 0.99996
%RSE:1.74809259



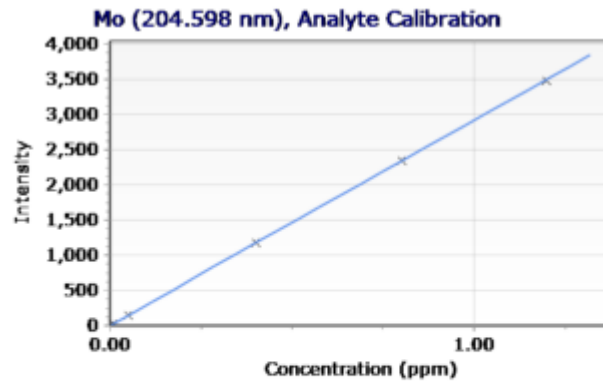
Intensity = 4105.31103012 * Concentration + 4.41137062
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:4.05187729



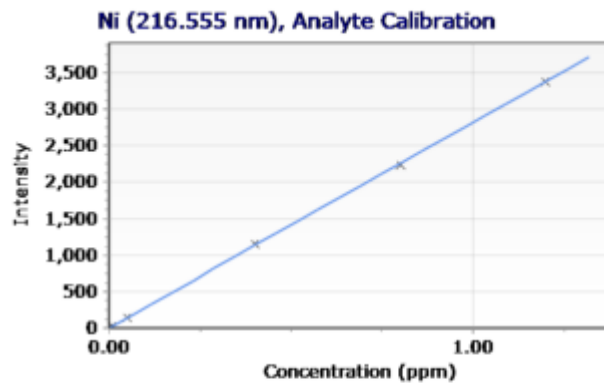
Intensity = 1223.48115876 * Concentration + 4.24974973
Correlation coefficient: 0.99998
%RSE:1.82706518



Intensity = 3373.70101284 * Concentration + 8.05703012
Correlation coefficient: 0.99999
%RSE:5.14913866

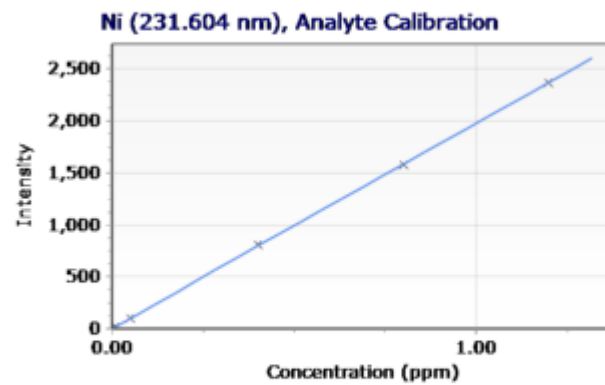


Intensity = 2914.96251542 * Concentration + 5.72747245
Correlation coefficient: 0.99998
%RSE:1.76249009

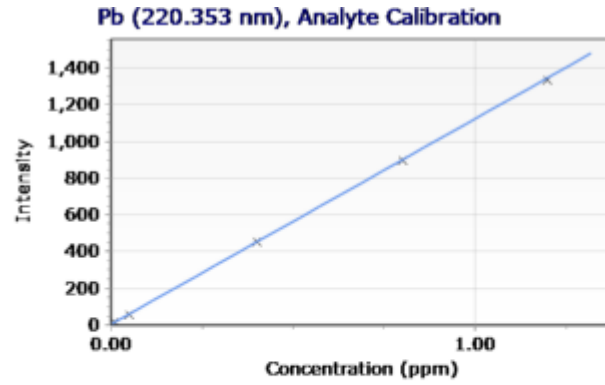


Intensity = 2817.07808488 * Concentration + 4.36622581
Correlation coefficient: 0.99996
%RSE:1.69864879

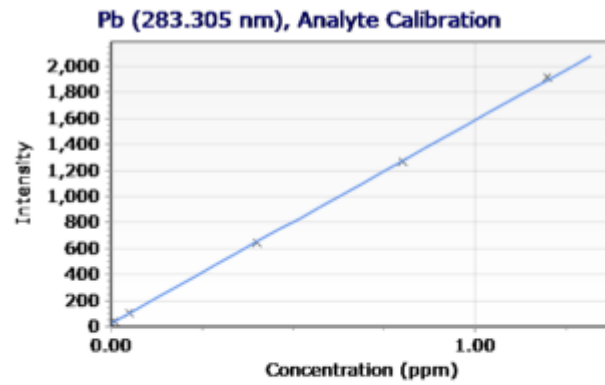
Intensity = 3145.55038307 * Concentration + 26.86336875
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:2.89492379



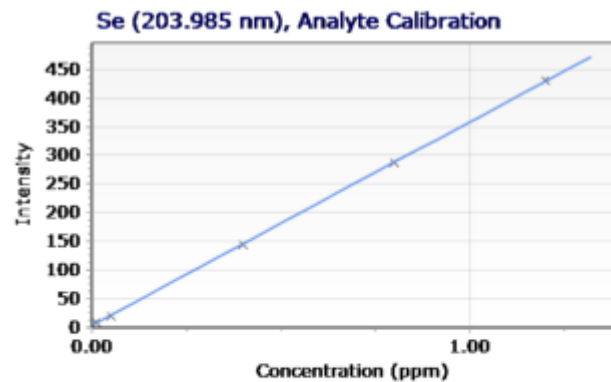
Intensity = 1973.61385876 * Concentration + 3.68877185
Correlation coefficient: 0.99997
%RSE:4.52217628



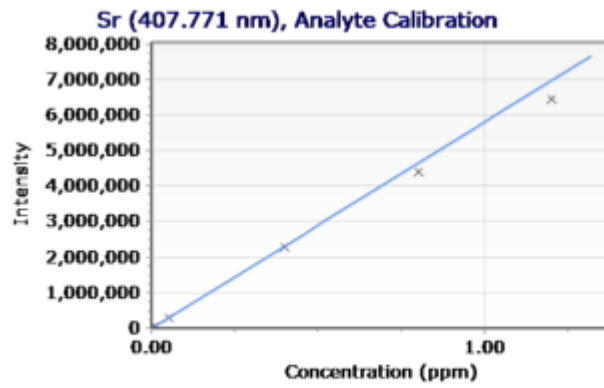
Intensity = 1122.16991846 * Concentration + 3.39623324
 Correlation coefficient: 0.99998
 %RSE:2.95725133



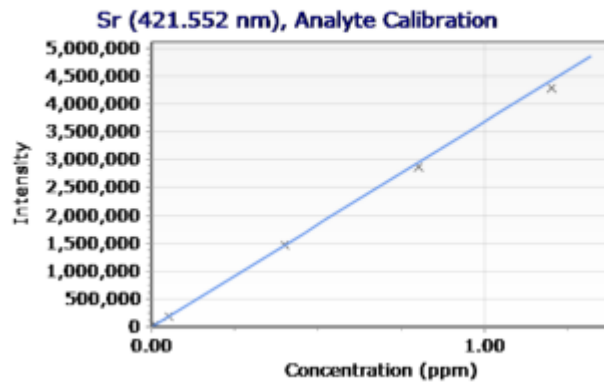
Intensity = 1558.98519700 * Concentration + 26.52832140
 Correlation coefficient: 0.99997
 %RSE:4.88479094



Intensity = 355.08024727 * Concentration + 3.61820271
 Correlation coefficient: 0.99998
 %RSE:20.15217106



Intensity = 5807037.31800413 * Concentration + 416.47271095
Correlation coefficient: 0.99978
%RSE:5.63233791



Results

Solution Label	Al (308.215 nm)	Al (309.271 nm)	Al (306.152 nm)	As (188.980 nm)	As (193.696 nm)	As (197.198 nm)	As (228.812 nm)
Blank	0.000 (ppm)	0.00 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)
Standard 1	0.010 (ppm)	0.01 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)
Standard 2	0.050 (ppm)	0.05 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)
Standard 3	0.400 (ppm)	0.40 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)
Standard 4	0.800 (ppm)	0.80 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)
Standard 5	1.200 (ppm)	1.20 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)
Pb	0.091 (ppm)	Uncal (ppm)	0.105 (ppm)	0.002 u (ppm)	0.003 (ppm)	0.035 (ppm)	0.001 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.109 (ppm)	Uncal (ppm)	0.093 (ppm)	0.101 (ppm)	0.099 (ppm)	0.104 (ppm)	0.100 (ppm)
C3	47781.432 o (ppm)	Uncal (ppm)	45135.262 o (ppm)	4.999 (ppm)	5.696 (ppm)	15.397 (ppm)	0.147 (ppm)
C4	79443.948 o (ppm)	Uncal (ppm)	#### (ppm)	22.987 (ppm)	22.050 (ppm)	37.190 (ppm)	0.318 (ppm)
59180/2020	47527.008 o (ppm)	Uncal (ppm)	44244.260 o (ppm)	4.898 (ppm)	5.116 (ppm)	5.989 (ppm)	0.202 (ppm)
59181/2020	48488.571 o (ppm)	Uncal (ppm)	45514.903 o (ppm)	4.720 (ppm)	2.545 (ppm)	6.900 (ppm)	0.188 (ppm)
59182/2020	54579.184 o (ppm)	Uncal (ppm)	50028.294 o (ppm)	5.320 (ppm)	4.923 (ppm)	7.005 (ppm)	0.153 (ppm)
59183/2020	54512.148 o (ppm)	Uncal (ppm)	49895.305 o (ppm)	5.941 (ppm)	4.617 (ppm)	5.932 (ppm)	0.171 (ppm)
59184/2020	53042.565 o (ppm)	Uncal (ppm)	49154.198 o (ppm)	5.089 (ppm)	3.235 (ppm)	5.855 (ppm)	0.185 (ppm)
59185/2020	58913.857 o (ppm)	Uncal (ppm)	53695.797 o (ppm)	5.441 (ppm)	2.938 (ppm)	7.420 (ppm)	0.165 (ppm)
59186/2020	54178.685 o (ppm)	Uncal (ppm)	49798.448 o (ppm)	4.038 (ppm)	1.796 (ppm)	3.200 (ppm)	0.213 (ppm)
59187/2020	52540.153 o (ppm)	Uncal (ppm)	48351.809 o (ppm)	4.122 (ppm)	2.730 (ppm)	3.140 (ppm)	0.191 (ppm)
59188/2020	52379.008 o (ppm)	Uncal (ppm)	48188.186 o (ppm)	4.349 (ppm)	2.531 u (ppm)	2.688 (ppm)	0.160 (ppm)
59189/2020	49850.002 o (ppm)	Uncal (ppm)	46293.250 o (ppm)	5.770 (ppm)	2.397 (ppm)	3.263 (ppm)	0.230 (ppm)
59190/2020	48252.683 o (ppm)	Uncal (ppm)	45549.024 o (ppm)	5.151 (ppm)	2.291 u (ppm)	5.033 (ppm)	0.209 (ppm)
59191/2020	52308.791 o (ppm)	Uncal (ppm)	48265.662 o (ppm)	5.461 (ppm)	1.915 (ppm)	5.496 (ppm)	0.220 (ppm)
59192/2020	53208.863 o (ppm)	Uncal (ppm)	49134.082 o (ppm)	7.186 (ppm)	5.677 (ppm)	5.854 (ppm)	0.227 (ppm)
59193/2020	52576.856 o (ppm)	Uncal (ppm)	48241.993 o (ppm)	6.749 (ppm)	3.473 (ppm)	4.349 (ppm)	0.173 (ppm)
59194/2020	59092.805 o (ppm)	Uncal (ppm)	53380.709 o (ppm)	8.054 (ppm)	4.054 (ppm)	6.490 (ppm)	0.179 (ppm)

Solution Label	Aa (234.984 nm)	Ba (233.527 nm)	Ba (455.403 nm)	Ba (493.408 nm)	Ba (514.171 nm)	Cd (214.439 nm)	Cd (226.502 nm)
Blank	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)
Standard 1	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)
Standard 2	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)
Standard 3	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)
Standard 4	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)
Standard 5	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)
Pb	0.339 (ppm)	0.050 (ppm)	0.051 (ppm)	0.050 (ppm)	Uncal (ppm)	0.000 u (ppm)	0.000 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.153 Q (ppm)	0.099 (ppm)	0.100 (ppm)	0.097 (ppm)	Uncal (ppm)	0.101 (ppm)	0.100 (ppm)
C3	2.571 u (ppm)	62.092 (ppm)	61.432 (ppm)	61.126 (ppm)	Uncal (ppm)	4.004 (ppm)	16.016 (ppm)
C4	28.880 (ppm)	40.689 (ppm)	39.075 (ppm)	38.801 (ppm)	Uncal (ppm)	2.712 (ppm)	11.253 (ppm)
59180/2020	24.401 (ppm)	44.569 (ppm)	44.624 (ppm)	44.022 (ppm)	Uncal (ppm)	0.502 (ppm)	2.124 (ppm)
59181/2020	23.561 (ppm)	31.862 (ppm)	31.949 (ppm)	31.468 (ppm)	Uncal (ppm)	0.536 (ppm)	2.042 (ppm)
59182/2020	22.499 (ppm)	29.491 (ppm)	28.922 (ppm)	28.550 (ppm)	Uncal (ppm)	0.425 (ppm)	1.796 (ppm)
59183/2020	22.912 (ppm)	53.157 (ppm)	53.096 (ppm)	52.327 (ppm)	Uncal (ppm)	0.313 (ppm)	1.327 (ppm)
59184/2020	25.707 (ppm)	46.184 (ppm)	46.475 (ppm)	45.722 (ppm)	Uncal (ppm)	0.282 (ppm)	1.261 (ppm)
59185/2020	24.361 (ppm)	45.723 (ppm)	45.314 (ppm)	44.653 (ppm)	Uncal (ppm)	0.257 (ppm)	1.367 (ppm)
59186/2020	23.218 (ppm)	60.846 (ppm)	60.413 (ppm)	59.517 (ppm)	Uncal (ppm)	0.239 (ppm)	0.984 (ppm)
59187/2020	23.345 (ppm)	43.524 (ppm)	43.468 (ppm)	42.827 (ppm)	Uncal (ppm)	0.213 (ppm)	0.931 (ppm)
59188/2020	23.095 (ppm)	33.609 (ppm)	33.494 (ppm)	33.235 (ppm)	Uncal (ppm)	0.227 (ppm)	0.926 (ppm)
59189/2020	24.609 (ppm)	76.085 (ppm)	77.790 (ppm)	76.786 (ppm)	Uncal (ppm)	0.292 (ppm)	1.178 (ppm)
59190/2020	24.812 (ppm)	49.220 (ppm)	50.794 (ppm)	50.091 (ppm)	Uncal (ppm)	0.196 (ppm)	1.184 (ppm)
59191/2020	24.927 (ppm)	39.751 (ppm)	40.762 (ppm)	40.114 (ppm)	Uncal (ppm)	0.296 (ppm)	1.058 (ppm)
59192/2020	28.845 (ppm)	52.143 (ppm)	52.910 (ppm)	52.376 (ppm)	Uncal (ppm)	0.433 (ppm)	1.803 (ppm)
59193/2020	25.872 (ppm)	42.122 (ppm)	42.192 (ppm)	41.796 (ppm)	Uncal (ppm)	0.395 (ppm)	1.622 (ppm)
59194/2020	25.009 (ppm)	39.718 (ppm)	39.873 (ppm)	39.446 (ppm)	Uncal (ppm)	0.424 (ppm)	1.671 (ppm)

Solution Label	Cd (228.802 nm)	Cd (361.051 nm)	Co (230.786 nm)	Co (236.379 nm)	Co (237.863 nm)	Co (238.892 nm)	Cr (205.560 nm)
Blank	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)
Standard 1	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)
Standard 2	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)
Standard 3	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)
Standard 4	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)
Standard 5	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)
Pb	0.001 (ppm)	0.009 (ppm)	0.000 u (ppm)	-0.001 u (ppm)	0.000 u (ppm)	0.000 u (ppm)	0.003 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.100 (ppm)	0.102 (ppm)	0.100 (ppm)	0.101 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)
C3	0.141 (ppm)	12.159 (ppm)	28.825 (ppm)	192.174 o (ppm)	34.141 (ppm)	12.849 (ppm)	61.117 (ppm)
C4	0.327 (ppm)	8.563 (ppm)	3.637 (ppm)	114.519 o (ppm)	11.314 (ppm)	0.515 (ppm)	71.312 (ppm)
59180/2020	0.135 (ppm)	4.610 (ppm)	2.033 (ppm)	23.915 (ppm)	5.410 (ppm)	1.269 (ppm)	40.485 (ppm)
59181/2020	0.177 (ppm)	3.838 (ppm)	1.929 (ppm)	22.964 (ppm)	5.251 (ppm)	1.023 (ppm)	36.190 (ppm)
59182/2020	0.147 (ppm)	1.887 (ppm)	2.003 (ppm)	20.979 (ppm)	5.623 (ppm)	0.985 (ppm)	39.791 (ppm)
59183/2020	0.124 (ppm)	5.865 (ppm)	2.026 (ppm)	15.428 (ppm)	5.223 (ppm)	1.553 (ppm)	41.318 (ppm)
59184/2020	0.183 (ppm)	4.675 (ppm)	1.772 (ppm)	14.609 (ppm)	5.664 (ppm)	1.438 (ppm)	36.941 (ppm)
59185/2020	0.156 (ppm)	5.352 (ppm)	2.133 (ppm)	16.096 (ppm)	6.205 (ppm)	1.534 (ppm)	41.966 (ppm)
59186/2020	0.207 (ppm)	7.033 (ppm)	2.187 (ppm)	11.762 (ppm)	5.586 (ppm)	1.471 (ppm)	46.729 (ppm)
59187/2020	0.187 (ppm)	5.949 (ppm)	1.726 (ppm)	10.974 (ppm)	5.221 (ppm)	1.025 (ppm)	43.124 (ppm)
59188/2020	0.129 (ppm)	4.937 (ppm)	1.346 (ppm)	10.791 (ppm)	4.940 (ppm)	0.987 (ppm)	42.392 (ppm)
59189/2020	0.204 (ppm)	3.483 (ppm)	1.762 (ppm)	12.884 (ppm)	5.231 (ppm)	0.714 (ppm)	31.549 (ppm)
59190/2020	0.202 (ppm)	4.039 (ppm)	1.824 (ppm)	12.885 (ppm)	4.969 (ppm)	1.118 (ppm)	31.877 (ppm)
59191/2020	0.217 (ppm)	3.063 (ppm)	1.521 (ppm)	11.772 (ppm)	5.173 (ppm)	1.219 (ppm)	32.135 (ppm)
59192/2020	0.179 (ppm)	4.093 (ppm)	2.009 (ppm)	19.674 (ppm)	5.488 (ppm)	0.994 (ppm)	37.889 (ppm)
59193/2020	0.110 (ppm)	4.128 (ppm)	1.804 (ppm)	18.279 (ppm)	5.393 (ppm)	1.032 (ppm)	36.764 (ppm)
59194/2020	0.125 (ppm)	3.706 (ppm)	1.903 (ppm)	18.867 (ppm)	6.205 (ppm)	1.097 (ppm)	40.082 (ppm)

Solution Label	Cr (206.198 nm)	Cr (267.716 nm)	Cr (283.563 nm)	Mo (202.032 nm)	Mo (204.598 nm)	Mo (281.615 nm)	Mo (284.824 nm)
Blank	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)
Standard 1	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)
Standard 2	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)
Standard 3	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)
Standard 4	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)
Standard 5	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)
Pb	0.003 (ppm)	0.003 (ppm)	-0.002 u (ppm)	0.003 (ppm)	0.004 (ppm)	Uncal (ppm)	0.005 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.100 (ppm)	0.100 (ppm)	0.094 (ppm)	0.100 (ppm)	0.098 (ppm)	Uncal (ppm)	0.095 (ppm)
C3	62.587 (ppm)	61.394 (ppm)	76.891 (ppm)	0.193 (ppm)	3.003 (ppm)	Uncal (ppm)	19.757 (ppm)
C4	72.153 (ppm)	71.808 (ppm)	82.224 (ppm)	0.926 (ppm)	5.567 (ppm)	Uncal (ppm)	16.343 (ppm)
59180/2020	40.809 (ppm)	40.422 (ppm)	40.977 (ppm)	0.339 (ppm)	2.044 (ppm)	Uncal (ppm)	8.529 (ppm)
59181/2020	36.663 (ppm)	35.854 (ppm)	36.618 (ppm)	0.185 (ppm)	2.100 (ppm)	Uncal (ppm)	7.892 (ppm)
59182/2020	39.881 (ppm)	39.704 (ppm)	40.114 (ppm)	0.262 u (ppm)	2.129 (ppm)	Uncal (ppm)	3.804 (ppm)
59183/2020	41.295 (ppm)	41.090 (ppm)	40.844 (ppm)	0.352 (ppm)	2.348 (ppm)	Uncal (ppm)	2.578 (ppm)
59184/2020	37.043 (ppm)	36.535 (ppm)	36.285 (ppm)	0.086 (ppm)	2.332 (ppm)	Uncal (ppm)	3.231 (ppm)
59185/2020	42.733 (ppm)	41.992 (ppm)	41.690 (ppm)	0.076 u (ppm)	2.560 (ppm)	Uncal (ppm)	2.346 (ppm)
59186/2020	47.202 (ppm)	46.551 (ppm)	45.637 (ppm)	0.243 (ppm)	2.267 (ppm)	Uncal (ppm)	2.019 (ppm)
59187/2020	43.977 (ppm)	43.079 (ppm)	42.470 (ppm)	0.230 (ppm)	2.257 (ppm)	Uncal (ppm)	1.926 (ppm)
59188/2020	42.755 (ppm)	42.361 (ppm)	41.872 (ppm)	0.126 (ppm)	2.352 (ppm)	Uncal (ppm)	1.707 (ppm)
59189/2020	31.829 (ppm)	31.519 (ppm)	31.510 (ppm)	0.194 (ppm)	2.121 (ppm)	Uncal (ppm)	8.853 (ppm)
59190/2020	31.907 (ppm)	31.657 (ppm)	31.333 (ppm)	0.219 (ppm)	2.043 (ppm)	Uncal (ppm)	10.680 (ppm)
59191/2020	32.630 (ppm)	32.113 (ppm)	31.992 (ppm)	0.178 u (ppm)	2.165 (ppm)	Uncal (ppm)	6.109 (ppm)
59192/2020	38.313 (ppm)	37.901 (ppm)	38.149 (ppm)	0.231 (ppm)	2.301 (ppm)	Uncal (ppm)	4.918 (ppm)
59193/2020	37.575 (ppm)	36.875 (ppm)	36.787 (ppm)	0.216 (ppm)	2.337 (ppm)	Uncal (ppm)	4.927 (ppm)
59194/2020	40.664 (ppm)	39.804 (ppm)	39.987 (ppm)	0.172 (ppm)	2.242 (ppm)	Uncal (ppm)	3.116 (ppm)

Solution Label	Ni (216.555 nm)	Ni (221.648 nm)	Ni (230.299 nm)	Ni (231.604 nm)	Pb (182.143 nm)	Pb (220.353 nm)	Pb (283.305 nm)
Blank	0.000 (ppm)	0.00 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)	0.000 (ppm)
Standard 1	0.010 (ppm)	0.01 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)	0.010 (ppm)
Standard 2	0.050 (ppm)	0.05 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)	0.050 (ppm)
Standard 3	0.400 (ppm)	0.40 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)	0.400 (ppm)
Standard 4	0.800 (ppm)	0.80 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)	0.800 (ppm)
Standard 5	1.200 (ppm)	1.20 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)	1.200 (ppm)
Pb	0.002 (ppm)	Uncal (ppm)	-0.004 u (ppm)	0.004 (ppm)	0.008 (ppm)	0.002 (ppm)	0.001 u (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.102 (ppm)	Uncal (ppm)	0.100 (ppm)	0.101 (ppm)	0.103 (ppm)	0.102 (ppm)	0.095 (ppm)
C3	42.326 (ppm)	Uncal (ppm)	23.554 (ppm)	24.793 (ppm)	16.800 (ppm)	18.409 (ppm)	146.091 o (ppm)
C4	32.232 (ppm)	Uncal (ppm)	19.204 (ppm)	20.625 (ppm)	22.651 (ppm)	19.548 (ppm)	116.311 o (ppm)
59180/2020	16.299 (ppm)	Uncal (ppm)	13.710 (ppm)	13.979 (ppm)	17.587 (ppm)	16.328 (ppm)	40.157 (ppm)
59181/2020	14.352 (ppm)	Uncal (ppm)	11.841 (ppm)	12.080 (ppm)	17.901 (ppm)	16.904 (ppm)	40.219 (ppm)
59182/2020	15.360 (ppm)	Uncal (ppm)	12.747 (ppm)	13.416 (ppm)	22.496 (ppm)	20.415 (ppm)	43.481 (ppm)
59183/2020	15.752 (ppm)	Uncal (ppm)	13.881 (ppm)	14.097 (ppm)	26.254 (ppm)	22.071 (ppm)	41.493 (ppm)
59184/2020	12.542 (ppm)	Uncal (ppm)	11.082 (ppm)	11.188 (ppm)	26.956 (ppm)	22.677 (ppm)	43.686 (ppm)
59185/2020	15.489 (ppm)	Uncal (ppm)	13.666 (ppm)	13.627 (ppm)	28.431 (ppm)	24.046 (ppm)	44.872 (ppm)
59186/2020	20.898 (ppm)	Uncal (ppm)	19.681 (ppm)	19.652 (ppm)	41.895 (ppm)	36.995 (ppm)	61.137 (ppm)
59187/2020	16.776 (ppm)	Uncal (ppm)	15.257 (ppm)	15.628 (ppm)	42.195 (ppm)	36.384 (ppm)	60.380 (ppm)
59188/2020	13.325 (ppm)	Uncal (ppm)	12.290 (ppm)	12.386 (ppm)	40.692 (ppm)	34.912 (ppm)	58.162 (ppm)
59189/2020	10.426 (ppm)	Uncal (ppm)	9.200 (ppm)	9.365 (ppm)	26.193 (ppm)	21.065 (ppm)	39.638 (ppm)
59190/2020	10.472 (ppm)	Uncal (ppm)	9.313 (ppm)	9.254 (ppm)	24.500 (ppm)	20.215 (ppm)	39.336 (ppm)
59191/2020	10.142 (ppm)	Uncal (ppm)	8.859 (ppm)	8.909 (ppm)	29.386 (ppm)	23.487 (ppm)	41.899 (ppm)
59192/2020	13.367 (ppm)	Uncal (ppm)	11.213 (ppm)	11.410 (ppm)	26.360 (ppm)	21.630 (ppm)	45.274 (ppm)
59193/2020	12.021 (ppm)	Uncal (ppm)	10.128 (ppm)	10.121 (ppm)	25.510 (ppm)	22.507 (ppm)	45.346 (ppm)
59194/2020	11.760 (ppm)	Uncal (ppm)	9.940 (ppm)	10.159 (ppm)	33.148 (ppm)	27.962 (ppm)	54.103 (ppm)

Solution Label	Pb (405.781 nm)	Se (196.026 nm)	Se (203.985 nm)	Sr (216.596 nm)	Sr (407.771 nm)	Sr (421.552 nm)	Sr (460.733 nm)
59195/2020	57.245 (ppm)	1.316 (ppm)	4.082 u (ppm)	26.212 (ppm)	26.238 (ppm)	26.982 (ppm)	38.424 (ppm)
59196/2020	59.256 (ppm)	0.909 (ppm)	7.696 (ppm)	19.214 (ppm)	19.039 (ppm)	19.654 (ppm)	27.679 (ppm)
59197/2020	70.422 (ppm)	1.032 (ppm)	10.593 (ppm)	11.007 (ppm)	11.333 (ppm)	11.709 (ppm)	16.465 (ppm)
Continuing Calibration Verification	0.100 (ppm)	0.104 (ppm)	0.103 (ppm)	0.097 (ppm)	0.097 (ppm)	0.099 (ppm)	0.094 (ppm)
Pb	22.141 (ppm)	-8.500 u (ppm)	-2.567 u (ppm)	0.389 (ppm)	0.079 (ppm)	0.085 (ppm)	0.538 (ppm)
C3	1781.277 (ppm)	-178.481 u (ppm)	106.968 u (ppm)	-0.449 u (ppm)	16.167 (ppm)	16.872 (ppm)	55.454 (ppm)
C4	945.959 (ppm)	-816.570 u (ppm)	-97.087 u (ppm)	-83.739 u (ppm)	13.213 (ppm)	13.894 (ppm)	42.668 (ppm)
59180/2020	1420.606 (ppm)	-709.583 u (ppm)	386.911 u (ppm)	-43.752 u (ppm)	24.124 (ppm)	25.870 (ppm)	63.781 (ppm)
59181/2020	1645.729 (ppm)	-362.904 u (ppm)	-221.465 u (ppm)	-110.049 u (ppm)	19.282 (ppm)	20.867 (ppm)	59.978 (ppm)
59182/2020	1672.249 (ppm)	-519.487 u (ppm)	233.067 u (ppm)	-118.808 u (ppm)	12.122 (ppm)	12.776 (ppm)	51.378 (ppm)
59183/2020	1253.825 (ppm)	-179.624 u (ppm)	717.320 (ppm)	-49.125 u (ppm)	21.208 (ppm)	21.834 (ppm)	58.305 (ppm)
59184/2020	2257.853 (ppm)	-750.407 u (ppm)	641.074 (ppm)	-15.560 u (ppm)	15.989 (ppm)	16.840 (ppm)	53.699 (ppm)
59185/2020	1661.175 (ppm)	-644.088 u (ppm)	221.511 u (ppm)	-1.285 u (ppm)	10.511 (ppm)	10.887 (ppm)	48.610 (ppm)
59186/2020	1409.097 (ppm)	-156.736 u (ppm)	103.951 u (ppm)	-34.101 u (ppm)	17.686 (ppm)	17.824 (ppm)	47.795 (ppm)
59187/2020	1524.716 (ppm)	-243.176 u (ppm)	28.931 u (ppm)	-67.504 u (ppm)	13.288 (ppm)	13.768 (ppm)	55.436 (ppm)
59188/2020	1033.254 (ppm)	-102.972 u (ppm)	655.174 (ppm)	-20.275 u (ppm)	7.662 (ppm)	7.744 (ppm)	45.610 (ppm)
59189/2020	974.271 (ppm)	-554.163 u (ppm)	-197.348 u (ppm)	-7.924 u (ppm)	40.431 (ppm)	42.567 (ppm)	76.000 (ppm)
59190/2020	1538.411 (ppm)	-193.350 u (ppm)	-279.748 u (ppm)	-34.233 u (ppm)	31.381 (ppm)	33.278 (ppm)	68.129 (ppm)
59191/2020	1487.221 (ppm)	-450.595 u (ppm)	-187.396 u (ppm)	-38.524 u (ppm)	30.655 (ppm)	32.078 (ppm)	64.622 (ppm)
59192/2020	962.730 (ppm)	-222.520 u (ppm)	495.028 u (ppm)	-17.359 u (ppm)	26.810 (ppm)	27.731 (ppm)	70.823 (ppm)
59193/2020	1701.921 (ppm)	140.145 u (ppm)	-34.151 u (ppm)	-2.420 u (ppm)	17.785 (ppm)	18.292 (ppm)	49.256 (ppm)
59194/2020	1289.353 (ppm)	-592.208 u (ppm)	87.425 u (ppm)	-59.347 u (ppm)	9.376 (ppm)	9.899 (ppm)	42.257 (ppm)
59195/2020	1625.902 (ppm)	-627.699 u (ppm)	318.396 u (ppm)	-36.697 u (ppm)	27.481 (ppm)	28.920 (ppm)	61.263 (ppm)
59196/2020	1579.386 (ppm)	-392.379 u (ppm)	658.260 (ppm)	2.780 u (ppm)	16.529 (ppm)	17.280 (ppm)	49.571 (ppm)
59197/2020	1601.628 (ppm)	-298.938 u (ppm)	977.855 (ppm)	-68.517 u (ppm)	9.374 (ppm)	9.538 (ppm)	47.220 (ppm)

Fonte: Fundação ABC – abcLab (2020).