

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel
Programa de Pós-Graduação em Manejo e Conservação do Solo
e da Água (PPG MACSA)
Área de concentração: Manejo e Conservação do Solo
e da Água em Áreas Agrícolas



Tese

**Métodos de análise de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio
disponíveis às plantas na cinza de casca de arroz**

Rosane Maria Morales Guidotti

Pelotas, 2017

ROSANE MARIA MORALES GUIDOTTI

Métodos de análise de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio disponíveis às plantas na cinza de casca de arroz

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Manejo e Conservação do Solo e da Água da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção de título de Doutor em Ciências (área do conhecimento: Solos).

Orientador: Professor Dr. Ledemar Carlos Vahl
Co-orientadora: Professora Dra. Rosa Maria Vargas Castilhos

Pelotas, 2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

G948m

Guidotti, Rosane Maria Morales

Métodos de análise de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio disponíveis às plantas na cinza de casca de arroz / Rosane Maria Morales Guidotti ; Ledemar Carlos Vahl, orientador ; Rosane Maria Vargas Castilhos, coorientadora. — Pelotas, 2017.

99 f.

Tese (Doutorado) — Programa de Pós-Graduação em Manejo e Conservação do Solo e da Água, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, 2017.

1. Resíduo agroindustrial. 2. Solubilidade. 3. Extração. I. Vahl, Ledemar Carlos, orient. II. Castilhos, Rosane Maria Vargas, coorient. III. Título.

CDD : 631.42

ROSANE MARIA MORALES GUIDOTTI

Métodos de análise de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio disponíveis às plantas na cinza de casca de arroz

Tese aprovada, como requisito parcial, para obtenção do grau de Doutor em Ciências, Programa de Pós-Graduação em Manejo e Conservação do Solo e da Água, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas.

Data da defesa: 24 de julho de 2017

Banca examinadora:

.....
Professor Doutor Ledemar Carlos Vahl – (Presidente/Orientador)
Doutor em Ciência do Solo pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

.....
Professora Doutora Rosa Maria Vargas Castilhos
Doutora em Ciência do Solo pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

.....
Professora Doutora Gláucia Islabão
Doutora em Manejo e Conservação do Solo e da Água pela Universidade Federal de Pelotas

.....
Pesquisadora, Doutora Walkyria Bueno Scivittaro
Doutora em Ciências Energia Nuclear na Agricultura pelo Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo

.....
Professor Doutor Danilo Dufech Castilhos
Doutor em Ciência do Solo pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

*“Lembre-se as pessoas podem tirar tudo de você,
menos o conhecimento”.*

Albert Einstein

Aos meus pais Bozano e Elma (in memoriam)

Aos meus irmãos Antônio Sérgio, Ciça e Inês

Aos Meus sobrinhos Carolina, Camila e Paulo Roberto

Ao meu namorado Antônio,

DEDICO

AGRADECIMENTOS

A Deus pela vida.

Ao meu namorado Antônio Alves de Freitas que esteve comigo em toda esta jornada.

Ao Professor Ledemar Carlos Vahl, pela orientação e confiança que depositou em mim para a realização deste trabalho.

A Professora Rosa Maria Vargas Castilhos, pela co-orientação e pelos ensinamentos e apoio.

A todos os professores do curso de Pós-Graduação em Manejo e Conservação do solo e da Água pelos ensinamentos.

A todos os funcionários do departamento de Solos, em especial ao funcionário do laboratório de rotina do solo, Elmar Natighal Manke (Gringo) por toda a ajuda no cuidado com o experimento na casa de vegetação.

Ao aluno da Graduação Igor da Luz Machado pela ajuda na montagem do experimento.

À todos, professores, funcionários e colegas de curso pelo apoio e ajuda, em especial as minhas amigas Professora Rosa Maria Vargas Castilhos, Rosimeri Damasceno Trecha e Renata Peixoto Eid, no período muito difícil de minha vida.

A engenheira Agrônoma Roberta Manica por todo o apoio nas discussões estatísticas.

Aos demais amigos, familiares e a todos que de alguma forma contribuíram para a viabilização deste trabalho, um sincero muito obrigado.

RESUMO

GUIDOTTI, Rosane M.M. **Métodos de análise de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio disponíveis às plantas na cinza de casca de arroz.** 2017 98f. Tese – Programa de Pós-graduação em Manejo e Conservação do solo e da Água. Área de concentração: Solos. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas – Brasil.

A cinza de casca de arroz (CCA) é um resíduo da agroindústria do arroz que pode apresentar variabilidade na sua composição quanto aos elementos orgânicos e inorgânicos presentes na mesma, que pode ser resultado de condições culturais, fatores geográficos, ano da colheita e preparação da amostra. A CCA contém os nutrientes silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio. Logo, apresenta potencial para ser um fertilizante. Porém, esses nutrientes devem estar disponíveis na solução do solo. Por outro lado, não há nenhum método de análise química específico para CCA. O presente trabalho teve o objetivo de apresentar um método de extração eficiente para os nutrientes: silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio dentre os métodos testados: água destilada; cloreto de potássio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$; acetato de amônio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ a pH 7,0; Mehlich 1; ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ e Mehlich 3. Os métodos foram testados em 21 amostras de CCA, coletadas em 12 municípios do Estado do RS em 21 beneficiadoras de arroz. Para a avaliação da disponibilidade desses nutrientes em CCA, foi instalado um experimento em casa de vegetação, onde as CCAs foram incorporadas ao solo, após 27 dias de incubação foi feita a semeadura do milho. Após 40 dias de cultivo foi feita a coleta da parte aérea e a determinação dos teores totais desses nutrientes nas plantas. Foi aplicada análise estatística nos resultados, onde os teores extraídos de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio em cada método e os teores desses na parte aérea do milho foram submetidos à análise de variância através do teste F ($p \leq 0,05$). Os pressupostos não foram atendidos e foi aplicada correlação de spermann entre os métodos para cada nutriente e entre a quantidade acumulada na parte aérea do milho com o que o método foi capaz de extrair para cada nutriente. Entre os métodos testados a solução de ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ mostrou-se mais adequada para prever a fração disponível de fósforo, potássio cálcio e magnésio em CCA e para o silício a água foi a que apresentou uma melhor correlação.

Palavras-chave: Resíduo agroindustrial, solubilidade, extração

ABSTRACT

GUIDOTTI, Rosane M.M. **Methods of analysis of silicon, phosphorus, potassium, calcium and magnesium available to plants in the ash of rice husk.** 2017. 98f. Thesis (Doctorate) – Post-Graduation Program in Soil and Water Management and Conservation. Federal University of Pelotas - Brazil.

Rice husk ash (CCA) is a residue of the rice agroindustry that can present variability in its composition with respect to the organic and inorganic elements present in it, which may be the result of cultural conditions, geographic factors, year of harvest and preparation of the sample. The CCA contains the nutrients silicon, phosphorus, potassium, calcium and magnesium. Therefore, it has the potential to be a fertilizer. However, these nutrients must be available in the soil solution. On the other hand, there is no specific chemical analysis method for CCA. The present work aimed to present an efficient extraction method for the nutrients: silicon, phosphorus, potassium, calcium and magnesium among the methods tested: distilled water; Potassium chloride 1.0 mol l⁻¹; 0.5 mol L⁻¹ ammonium acetate at pH 7.0; Mehlich 1; Hydrochloric acid 0.1 mol L⁻¹ and Mehlich 3. The methods were tested in 21 samples of CCA, collected in 12 municipalities of the State of Rio Grande do Sul in 21 rice beneficiators. To evaluate the availability of these nutrients in CCA, an experiment was installed in a greenhouse, where the CCAs were incorporated into the soil, after 27 days of incubation the corn was sown. After 40 days of cultivation, the aerial part was collected and the total contents of these nutrients were determined in the plants. Statistical analysis was applied to the results, where the levels of silicon, phosphorus, potassium, calcium and magnesium in each method and the corn contents were submitted to analysis of variance using the F test ($p \leq 0.05$). The assumptions were not met and spermann correlation was applied between the methods for each nutrient and between the amount accumulated in the aerial part of the corn with which the method was able to extract for each nutrient. Among the methods tested, the hydrochloric acid solution 0.1 mol L⁻¹ was more adequate to predict the available fraction of phosphorus, potassium calcium and magnesium in CCA and for silicon the water showed the best correlation.

Keywords: Agroindustrial waste, solubility, extraction

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Teores totais de elementos químicos na cinza de casca de arroz (CCA) obtidos por vários autores (Islabão, 2013).....	16
Tabela 2	Teores médios de Si, P, K, Ca e Mg obtidos por fluorescência de raios X, três métodos de digestão e seis métodos de extração.....	35
Tabela 3	Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de Si em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	37
Tabela 4	Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de P em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	38
Tabela 5	Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de K em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	39
Tabela 6	Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de Ca em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	40
Tabela 7	Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de Mg em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	41
Tabela 8	Atributos químicos do solo após 27 dias de incubação nos tratamentos: CCAs, adubação recomendada e solo. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	44
Tabela 9	Produção de matéria seca e teores totais de Silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio na parte aérea do milho nos tratamentos: CCAs, adubação convencional e solo. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	48
Tabela 10	Teores totais de nitrogênio, enxofre e dos micronutrientes cobre, ferro, zinco e manganês nos tratamentos: CCAs, adubação convencional e solo UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.....	52

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Cinza de casca de arroz.....	15
Figura 2	Mapa do Estado do RS identificando os municípios de coleta das 21 amostras de CCA.....	22
Figura 3	a) frascos snap-cap; b) Agitador horizontal; c) Sistema de filtração; d) Espectrofotômetro de Absorção Atômica; e) Espectrofotômetro UV-visível f) Fotômetro de Chama.....	26
Figura 4	Distribuição de frequência dos parâmetros físico-químicos: (a) pH, (b) PN, (c) C.E. e (d) densidade avaliados nas 21 amostras de CCA do Estado do RS.....	29
Figura 5	Distribuição de frequência dos teores de: (a) C e (b) N, avaliados nas 21 amostras de CCA do Estado do RS.....	31
Figura 6	Digestões: a) - peróxido de hidrogênio (H_2O_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4) e mistura digestora: (selenito de sódio (Na_2SeO_3), sulfato de sódio (Na_2SO_4) e sulfato de cobre ($CuSO_4 \cdot 2H_2O$)); b) - ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) (4:2:1) e c) - ácido nítrico (HNO_3) e ácido perclórico ($HClO_4$) (2:1).....	39
Figura 7	Relação entre a quantidade de Si acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si CCAs extraído em cada método: (a) método 1- NH_4OAc 0,5 M, (b) método 2-água, (c) método 3-HCl 0,1 M, (d) método 4- KCl 1 M, (e) método 5- Mehlich -1 e (f) método 6- Mehlich -3. *significativo e ** não sigficativo a 5%, respectivamente.....	54
Figura 8	Relação entre a quantidade de P acumulada na parte aérea do milho e o teor de P CCAs extraído em cada método: (a) método 1- NH_4OAc 0,5 M, (b) método 2-água, (c) método 3-HCl 0,1 M, (d) método 4- KCl 1 M, (e) método 5- Mehlich -1 e (f) método 6- Mehlich -3. *significativo e ** não sigficativo a 5%, respectivamente.....	56
Figura 9	Relação entre a quantidade de K acumulada na parte aérea do milho e o teor de K CCAs extraído em cada método: (a) método 1- NH_4OAc 0,5 M, (b) método 2-água, (c) método 3-HCl 0,1 M, (d) método 4- KCl 1 M, (e) método 5- Mehlich -1 e (f) método 6- Mehlich -3. *significativo e ** não sigficativo a 5%, respectivamente.....	57
Figura 10	Relação entre a quantidade de Ca acumulada na parte aérea do milho e o teor de Ca CCAs extraído em cada método: (a) método 1- NH_4OAc 0,5 M, (b) método 2-água, (c) método 3-HCl 0,1 M, (d) método 4- KCl 1 M, (e) método 5- Mehlich -1 e (f) método 6- Mehlich -3. *significativo e ** não sigficativo a 5%, respectivamente.....	59
Figura 11	Relação entre a quantidade de Mg acumulada na parte aérea do milho e o teor de Mg CCAs extraído em cada método:(a) método 1- NH_4OAc 0,5 M, (b) método 2-água, (c) método 3-HCl 0,1 M, (d) método 4- KCl 1 M, (e) método 5- Mehlich -1 e (f) método 6- Mehlich -3. *significativo e ** não sigficativo a 5%, respectivamente.....	60

LISTA DE APÊNDICE

Apêndice 1	Descrição dos locais de coletas das CCAs nas usinas de beneficiamento de arroz nos municípios do Estado no Estado do RS.....	70
Apêndice 2	Valores de pH, poder de neutralização, condutividade elétrica e densidade e os teores de carbono e nitrogênio nas CCAs.....	71
Apêndice 3	Laudo técnico do Departamento de Engenharia de Materiais dos teores totais determinados por fluorescência de Raio X com energia dispersiva (EDXRF-720).....	72
Apêndice 4	Interpretação dos teores totais determinados por fluorescência de Raio X com energia dispersiva (EDXRF-720).....	79
Apêndice 5	Teores totais de Si, P, K Ca e Mg determinados CCAs pelos três métodos de digestão.....	90
Apêndice 6	Teores extraídos de Si, P, K Ca e Mg determinados CCAs pelos seis métodos nas CCAs.....	91
Apêndice 7	Fotos dos tratamentos.....	96

SUMÁRIO

1	Introdução.....	13
2	Revisão Bibliográfica.....	14
	2.1. Nutrição de Plantas.....	14
	2.2. Fertilizantes.....	14
	2.3. Cinza de Casca de Arroz.....	14
	2.4. Métodos analíticos.....	17
	2.5. Extratores.....	18
	2.5.1. Água.....	19
	2.5.2. Soluções Salinas.....	19
	2.5.3. Soluções Ácidas.....	19
3	Material e Métodos.....	21
	3.1. Coleta das amostras de CCA e do solo.....	21
	3.2. Local de estudo.....	21
	3.3. Experimento em casa de vegetação.....	22
	3.4. Atributos físicos e químicos das 21 amostras de CCA.....	24
	3.4.1. Densidade, pH, poder de neutralização e condutividade elétrica.....	24
	3.4.2. Teor de Carbono(C) e nitrogênio total (N).....	24
	3.4.3. Determinação dos teores totais de Si, P, K, Ca e Mg.....	24
	3.4.4. Métodos de extração testados para os nutrientes Si, P, K,Ca e Mg nas 21 amostras de CCA.....	25
	3.5 Análise Estatística.....	26
4	Resultados e Discussão.....	28
	4.1. Atributos químicos e físicos da CCA.....	28
	4.1.1. Densidade, pH, poder de neutralização e condutividade elétrica.....	28
	4.1.2. Carbono orgânico e nitrogênio total.....	30
	4.1.3. Teores totais de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio	31
	4.1.3.1. Fluorescência de Raio X.....	32
	4.1.3. 2. Digestão Ácida.....	33
	4.1.4. Teores solúveis de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio por seis métodos de extração.....	35

4.1.5. Correlações entre os teores de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio extraíveis por seis métodos.....	36
4.1.5.1. Silício.....	37
4.1.5.2. Fósforo.....	38
4.1.5.3. Potássio.....	39
4.1.5.4. Cálcio.....	39
4.1.5.5. Magnésio.....	40
4.2. Experimento com planta usando como fertilizante 21 amostras de CCA incorporadas ao solo.....	41
4.2.1. Efeitos das CCAs nos atributos químicos do solo.....	41
4.2.1.1. pH em água.....	41
4.2.1.2. Fósforo e Silício.....	42
4.2.1.3. Potássio, cálcio e magnésio trocáveis.....	43
4.2.1.4. Alumínio trocável.....	43
4.2.1.5. H +Al.....	43
4.2.1.6. Capacidade de troca de cátions e saturação por bases.....	44
4.2.2. Efeito das CCAs incorporadas ao solo.....	45
4.2.3. Relação entre a solubilidade dos nutrientes da CCA em vários extratores químicos e a sua absorção pelo milho.....	53
4.2.3.1. Silício.....	53
4.2.3.2. Fósforo.....	55
4.2.3.3. Potássio.....	55
4.2.3.4. Cálcio.....	58
4.2.3.5. Magnésio.....	58
5 Conclusões.....	62
6 Referências Bibliográficas.....	63
7 Apêndice.....	69

1. INTRODUÇÃO

A cinza de casca de arroz (CCA), por ser oriunda de um resíduo vegetal, contém todos os nutrientes essenciais aos vegetais, o que suscita a possibilidade da utilização deste resíduo como fertilizante. Experimentalmente tem sido comprovado que de fato a CCA incorporada ao solo atua como corretivo de acidez (Gaviolli et al., 2007; Nolla et al., 2010; Pinto et al., 2009), na estrutura do solo (Tuchtenhagen et al., 2017), no suprimento de nutrientes, notadamente fósforo, potássio, cálcio e magnésio, além de silício (Islabão, 2013) e no desenvolvimento das culturas (Donega et al., 2007; Silva et al., 2008, Palma et al., 2008). Além disso CCA possui alta capacidade de adsorção de metais como cádmio, chumbo, cobre e zinco (El-Said et al., 2011; Feroze et al., 2011). Embora os teores dos nutrientes sejam baixos em relação aos fertilizantes convencionais, com exceção do Si, em dosagens altas de CCA as quantidades totais de nutrientes aportadas ao solo podem ser proporcionalmente altas.

A CCA pode apresentar diferentes tipos de composição quanto aos elementos orgânicos e inorgânicos presentes na mesma, que podem ser resultado de condições culturais, fatores geográficos, ano da colheita, preparação da amostra e métodos de análise (Houston, 1972).

Quando uma fonte de nutrientes é aplicada ao solo, seja um fertilizante convencional ou um resíduo qualquer, a informação mais relevante para nortear a dosagem do material a ser usada é seu efeito quantitativo na disponibilidade dos nutrientes para as plantas. O teor total de um nutriente na CCA não é, necessariamente, um indicador adequado desse efeito porque pode incluir substâncias insolúveis nas condições de cultivo. Para ser adequado e fornecer um índice de disponibilidade de determinado nutriente, o método precisa apresentar, também, correlação significativa entre o teor do nutriente extraído pelo método de análise química – nutriente recuperado – e algum indicador da planta, como a quantidade do nutriente absorvida ou a produção (Cantarutti *et al.*, 2007).

Não há nenhum método de análise química específico para CCA para este propósito. Nesse contexto, este trabalho foi realizado com o objetivo de selecionar um método de análise química adequado para estimar a disponibilidade de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio pela CCA quando aplicada ao solo.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Nutrição de Plantas

Dezessete elementos são considerados essenciais para o crescimento e desenvolvimento das plantas: carbono (C), hidrogênio (H), oxigênio (O), nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg), enxofre (S), boro (B), cloro (Cl), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), molibdênio (Mo), níquel (Ni) e zinco (Zn). Outros elementos são considerados benéficos para as plantas, como o sódio (Na), silício (Si), selênio (Se) e cobalto (Co) (Marschner, 1995). Com exceção dos três primeiros (C, H e O), a fonte principal de todos os outros elementos essenciais e benéficos é o solo, de onde as raízes das plantas os absorve na forma de íons ou moléculas solúveis. Em função disso são referidos como nutrientes minerais

2.2. Fertilizantes

Fertilizantes são, por definição legal, substâncias minerais ou orgânicas, naturais ou sintéticas, fornecedoras de um ou mais nutrientes para as plantas (Decreto 4954/2004, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA)). Os fertilizantes são divididos em dois grupos: os minerais e os orgânicos, ambos são obtidos por processo físico, químico ou físico-químico. Os fertilizantes minerais são produtos de natureza mineral, natural ou sintética e, os fertilizantes orgânicos são produtos de natureza orgânica que além dos processos anteriormente citados também são obtidos por processos bioquímicos, a partir de matérias-primas de origem industrial, urbana ou rural, vegetal ou animal, enriquecido ou não de nutrientes minerais.

2.3. Cinza de Casca de Arroz

A cinza de casca de arroz (CCA) é um resíduo do processo de queima da casca de arroz nas usinas de beneficiamento do grão, cujo objetivo é a geração de calor, durante os quais não se registra a temperatura e o tempo de exposição, resultando CCA residual que não apresenta uniformidade em suas características (Pouey et al., 2007).

A CCA após a queima apresenta coloração preta predominante, com algumas partículas de cor cinza claro resultantes da maior oxidação do carbono durante a queima (Figura 1). A CCA contém carbono, e por esta razão, tende a ser

preta. Entretanto, pode ser também cinza, púrpura ou branca, dependendo das impurezas presentes e das condições de queima.



Figura 1 – Cinza de casca de arroz

A CCA pode apresentar diferentes tipos de composição quanto aos elementos químicos presentes na mesma, que resultam das condições culturais, fatores geográficos, ano da colheita, preparação da amostra e métodos de análise (Houston, 1972).

De acordo com Hoffmann et al., (2001), a CCA contém alto teor de sílica (~92%), isto a torna um resíduo valorizado como matéria prima para vários ramos da indústria: eletrônica, construção civil, cerâmica, indústria química: carga em compostos de borracha natural, produção de cimento e suporte em catalizadores de níquel. Estes mesmos autores concluíram que, no momento, a CCA tem sido descartada no solo pelas beneficiadoras de arroz que, na maioria das vezes, não alocando a ela uma fonte de nutrientes ao solo.

Vários autores trabalhando com CCA, em diversos locais, quantificaram, em valores totais, em g kg^{-1} , 22 elementos químicos em sua composição (Tabela 1). O Si é o elemento com maior porcentagem em massa, seguido dos macronutrientes: K, Ca, Mg, P e S. Além da presença dos micronutrientes: Cu, Fe, Mn, Ni e Zn. Ainda estão presentes os elementos cloro (Cl), rubídio (Rb), cobalto (Co), bromo (Br), cromo (Cr), alumínio (Al), titânio (Ti), cádmio (Cd) e sódio (Na). Há variabilidade entre os seus teores mínimos e máximos, destacando-se o S com o C.V. de 157% e o Si de 7,35%.

Tabela 1. Teores totais de elementos químicos na cinza de casca de arroz (CCA) obtidos por vários autores (Islabão, 2013). UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Variável	Si	K	Ca	Mg	N	P	S	C
N	38	35	39	24	2	22	9	10
-----g kg ⁻¹ -----								
Média	423,13	14,02	5,83	3,05	0,35	2,74	0,73	82,40
Mín	337,07	1,58	0,14	0,36	0,20	0,19	0,23	20,90
Máx	466,85	39,25	18,22	9,48	0,50	5,85	3,77	175,70
CV (%)	7,35	67,26	67,75	77,37	60	53,64	157,53	62,16
Variável	Cu	Fe	Mn	Zn	Ni	Cl	Rb	Co
N	7	38	32	11	5	11	1	1
-----mg kg ⁻¹ -----								
Média	123	3419	1357	148	654	4371	91	367
Mín	8	147	3,3	15	325	100		
Máx	256	19500	10900	435	1810	11827		
CV (%)	87,80	120,59	151,58	102,02	98,93	125,35		
Variável	Br	Cr	Na	Al	Ti	Cd		
N	1	5	16	16	4	2		
-----mg kg ⁻¹ -----								
Média	900	124	1752	3570	165	0,443		
Mín		70	148	52,9	60	0,390		
Máx		200	6306	15700	300	0,495		
CV (%)		44,35	111,53	151,09	75,15	16,70		

Mín= valor mínimo encontrado; Máx= valor máximo encontrado; CV= coeficiente de variação e n= fontes consultadas:

Segundo Islabão (2013) a utilização de CCA em solos agrícolas é a alternativa mais promissora para o aproveitamento desse resíduo. As indústrias que a geram tem disponibilizado tal resíduo a custo zero para o agricultor e muitos já utilizam CCA nas suas lavouras.

Embora a CCA possua todos os nutrientes minerais, a sua contribuição mais marcante para o solo e as plantas é com Si, P, K, Ca e Mg (Pauletto et al, 1990; Silva et al, 2008; Islabão, 2013), além de corrigir o pH (Islabão et al, 2015; Kath et al, 2017) e melhorar os atributos físicos do solo (Tuchtenhagen et al, 2017). Estes trabalhos, entretanto, foram realizados cada um com uma única fonte de CCA e os teores totais dos nutrientes variam muito entre as fontes (Tabela 1). Se há variação nos teores totais é esperado que a contribuição de nutrientes varie entre as fontes de CCA. O problema é como estimar a contribuição de uma determinada CCA incorporada ao solo para a nutrição das plantas nele cultivadas? O teor total de um nutriente é um indicador adequado ou será que apenas uma fração do teor total é

solubilizada no solo? Como medir esta fração, se for o caso? Estas questões são cruciais para eventuais cálculos de dosagens de CCA para suprir uma determinada recomendação de adubação ou para calcular o suprimento de nutrientes a partir de uma determinada dose de CCA aplicada ao solo.

2.4. Métodos Analíticos

Até então não há nenhum método de análise química específico para avaliar a fração disponível de nutrientes em CCA, o que tem sido feito é testar os métodos usados para avaliar a mesma disponibilidade em substratos e solos, isto porque a CCA não é um fertilizante mineral, um adubo orgânico e nem um solo. Mas entre estes três materiais a CCA se assemelha mais a um solo, por apresentar uma concentração de óxido de silício próximo de 80-90% e, este está também presente nos solos.

Os métodos por extração utilizados na caracterização química da CCA são os Métodos Analíticos Oficiais para a Análise de Substratos e Condicionadores de Solos do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2007), o Manual de Análises de Solos, Plantas e outros Materiais (Tedesco et al., 1985) e, ainda, o Manual de Análises de Solos (Sparks, 2004).

A legislação brasileira estabelece métodos para determinação de algumas características físicas e químicas básicas, bem como para a determinação de elementos contaminantes em substratos (Brasil, 2007; Brasil, 2009). Mas um longo caminho se apresenta para a pesquisa até que se estabeleça consenso em relação às informações sobre a disponibilidade imediata destes elementos para as plantas.

A Instrução Normativa nº 17, de 21 de maio de 2007 (MAPA), estabeleceu os Métodos Analíticos Oficiais para Análise de Substratos e Condicionadores de Solos. Pela legislação estão previstas a caracterização física: densidades úmida e seca e capacidade de retenção a água, e química: pH, condutividade elétrica (CE), capacidade de troca de cátions (CTC). A legislação brasileira para o registro e comercialização de substratos, exige informar tais características no rótulo ou embalagem destes materiais (Spier, 2012).

Segundo Baumgarten (2002), as características químicas mais importantes a serem estudadas nos substratos são o valor de pH, a capacidade de troca de cátions (CTC), o teor de sais, além de carbono total (C), nitrogênio total (N) e a relação C/N.

A dificuldade na interpretação dos resultados analíticos entre os laboratórios e a grande diversidade de procedimentos entre os métodos levou a criação pelo Comitê Europeu de Normatização (CEN) de um grupo de estudos com a finalidade de uniformizar e propor métodos oficiais para a caracterização química, física e físico-química de substratos. Mas, durante os trabalhos desenvolvidos pelo CEN ficou impossível estabelecer um método adequado para todos os substratos, pela grande diversidade dos produtos, de modo que os pesquisadores propuseram inicialmente dois métodos – o método holandês, proposto por Sonneveld et al. (1974), que utiliza a água como extrator, para substratos com baixa CTC (inertes) e outro, o método com substâncias quelatantes, que utilizam as soluções de CaCl_2 e DTPA (Ácido dietileno triamino pentacético), de acordo com o trabalho de Alt & Peters (1993), para substratos baseados em misturas de diferentes constituintes e para a determinação dos micronutrientes (Baumgarten, 2002).

Para ser usado em laboratório, um método químico deve reunir uma série de características, dentre elas: precisão, exatidão, sensibilidade a variações no teor do nutriente avaliado, reprodutibilidade, rapidez e baixo custo (Mendham et al., 2002).

Precisão e exatidão referem-se à velocidade da medida efetuada. A primeira indica o grau de concordância entre resultados de medição obtidos sob as mesmas condições, enquanto a segunda reflete o grau de concordância entre o resultado de uma medição e o valor verdadeiro. As duas associadas fornecem um valor medido muito próximo ao valor real (Abreu et al., 2002a).

2.5. Extratores

Extratores são soluções ou substâncias que removem, por complexação, dessorção, solubilização, troca iônica ou hidrólise, formas químicas dos nutrientes consideradas disponíveis para a planta, ou de elementos químicos promotores de salinização ou de toxidez para as mesmas (Cantarutti et al., 2007). A fração disponível pode estar associada ou correlacionada com índices, geralmente obtidos por métodos de extração química (Abreu et al., 2002b). Em solos, uma fração das quantidades extraídas encontra-se na solução (fração ativa ou fator intensidade). A maior fração, no entanto, encontra-se integrada a fase sólida, em equilíbrio com a fração ativa responsável pela reposição em solução do solo (fração lábil).

Os extratores químicos utilizados para a análise de solos no Brasil podem ser, em linhas gerais, categorizados em dois grupos: o primeiro fundamentado no extrator ácido Mehlich-1 e na solução salina de cloreto de potássio (KCl) e outro, mais recente no extrator o Mehlich-3 associado ao agente quelatante ácido dietilenotriamina penta acético - $C_{14}H_{23}N_3O_{10}$ (DTPA).

2.5.1 Água

A extração com água destilada é a mais empregada em substratos, diferenciando-se apenas pela proporção entre água e substrato. A extração com água tem a vantagem de permitir a determinação, além dos macronutrientes e micronutrientes, o pH e a condutividade elétrica (CE) no mesmo extrato (Santos, 2009).

2.5.2 Soluções salinas

A utilização da solução de acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$ tamponada a pH 7,0 tem sido empregada para a extração dos elementos disponíveis potássio, cálcio, magnésio e ferro em amostras de substratos. Essa solução extrai, preferencialmente, os nutrientes dos pontos de troca iônica (fração trocável), onde o cátion do sal desloca o elemento dos sítios de troca do substrato, levando-o à solução. A extração com solução de cloreto de potássio 1 M, amplamente utilizada pela Rede Oficial de Laboratórios de Análises de Solos dos Estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina (ROLAS), para a extração de Al, Ca, Mg e Mn, tem sido empregada em amostras de substratos, com a vantagem de que no mesmo extrato pode ser feita a determinação de $N\text{-NO}_3^-$ e $N\text{-NH}_4^+$ (Abreu et al., 2002b).

2.5.3 Soluções ácidas

Entre as soluções extratoras pode-se destacar o Mehlich-1 (Nelson et al., 1953), rotineiramente usado para a extração de fósforo e potássio em solos pela ROLAS. Esse extrator tem a vantagem de fornecer extratos límpidos por sedimentação, dispensando a filtração, sendo adequados à determinação colorimétrica (Tedesco et al., 1995).

A solução Mehlich-1 (ácido sulfúrico (H_2SO_4) $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$ e ácido clorídrico (HCl) $0,05 \text{ mol L}^{-1}$) foi modificada pelo autor em 1978, devido à superestimação de fósforo em solos calcários, dando origem à solução Mehlich-2,

que foi novamente modificada em 1984, dando origem a solução Mehlich-3 (ácido acético (CH_3COOH) $0,2 \text{ mol l}^{-1}$, ácido nítrico (HNO_3) $0,013 \text{ mol l}^{-1}$, nitrato de amônio (NH_4NO_3) $0,25 \text{ mol l}^{-1}$, fluoreto de amônio (NH_4F) $0,015 \text{ mol l}^{-1}$) (Bortolon, 2005). A extração com solução Mehlich-3, além de determinar Ca, Mg, P, K e o Na, permite determinar os micronutrientes Cu, Zn, Fe e Mn na mesma solução. A inclusão do fluoreto de amônio melhorou a capacidade de estimação do fósforo em solos com pH próximo a neutralidade e em solos alcalinos, devido à menor acidez dessa solução se comparativamente à Mehlich-1.

Na extração de fósforo do solo, pelo método Mehlich 3, o fósforo no extrato é obtido pela ação do ácido acético e do fluoreto, enquanto que o K, Ca, Mg e Na são removidos pela ação do nitrato de amônio e ácido nítrico. Os micronutrientes: Cu, Zn, Fe e Mn são extraídos pelo NH_4^+ e pelo agente quelante EDTA (Ziadi & San Tran, 2008).

Para responder as questões previamente levantadas neste trabalho, a hipótese postulada é que as frações dos nutrientes Si, P, K, Ca e Mg contidos na CCAs, extraída pelos seis métodos: água, cloreto de potássio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$, acetato de amônio $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, Mehlich 1, ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ e Mehlich 3 terão correlação com a quantidade absorvida pelas plantas em todos os métodos, ou que, pelo menos um dos métodos propostos terá uma boa correlação, em cada nutriente.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Coleta e preparo das amostras de CCA e do solo

Para a avaliação da disponibilidade dos nutrientes silício (Si), fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca) e magnésio (Mg) em CCA, foram coletadas 21 amostras no período de março a maio de 2014 em usinas de beneficiamento de arroz, em diferentes municípios do Estado do Rio Grande do Sul (RS) (Figura 2).

Quanto ao plano de amostragem, utilizou-se uma amostragem não probabilística intencional (Marconi e Lakatos, 1996; Gil, 2010).

Das 21 CCA coletadas, cinco foram no município de Pelotas, quatro no município de Camaquã, três no município de Itaqui e uma nos municípios de Alegrete, Cachoeira do Sul, Capão do Leão, Dona Francisca, Osório, Rio Grande, Santo Antônio da Patrulha e São Borja em diferentes beneficiadoras de arroz localizadas em cada município. (Apêndice 1).

Do montante coletado das 21 amostras de CCA, aproximadamente um quilograma deste material foi encaminhado ao laboratório, colocado em estufa com temperatura controlada (60-65°C), tamisados em peneira de 2 mm e acondicionados em potes plásticos com tampa.

Para a avaliação do teor de nutrientes absorvidos pelas plantas foi instalado um experimento em casa de vegetação utilizando aproximadamente 350 kg de solo, não cultivado. A coleta do solo foi feita no mês de setembro de 2015, na profundidade de 0 a 20 cm utilizando-se pá de corte. O ponto de amostragem foi identificado através de coordenadas geográficas E357.860 N6.480.490 UTM ZONA 22 datum WGS84 com uso do GPS (Sistema de Posicionamento Global de navegação), e o solo do local classificado como Argissolo Vermelho Amarelo (Severo, 1999).

3.2 Locais de estudo

As determinações dos nutrientes foram realizadas no período de novembro de 2014 a abril de 2016 nos Laboratórios de Química e Fertilidade do Solo, do Departamento de Solo na da Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, no Laboratório de Análise e Caracterização de Materiais do Centro de Desenvolvimento Tecnológico (CDTec), ambos situados na Universidade Federal de Pelotas, no Laboratório de Nutrição de Plantas da Faculdade de Agronomia da Universidade

Federal de Santa Maria, ambas no Estado do RS e no Laboratório de Silício do Instituto de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Uberlândia no Estado de Minas Gerais.

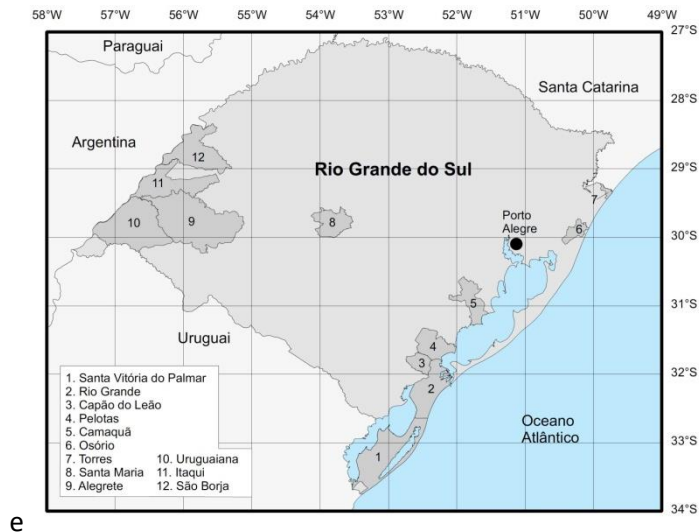


Figura 2 - Mapa do Estado do RS identificando os municípios de coleta das 21 amostras de CCA.

3.3 Experimento em casa de vegetação

Para a determinação dos teores de Si, P, K, Ca e Mg absorvidos pela planta de milho foi instalado um experimento em casa de vegetação (5m de largura por 8 m de comprimento), coberta com plástico com espessura de 150 micra. A mesma está localizada no campus da Universidade Federal de Pelotas, no município do Capão do Leão, RS.

O solo foi seco em estufa (60-65°C), passado em peneira de 2 mm e a análise de seus atributos químicos revelou os seguintes resultados (Tedesco et al., 1995): $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$ 5,2; pH_{SMP} 6,3; fósforo 2,0 mg kg^{-1} ; alumínio 1,8 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$; (H + Al) 22,8 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$; cátions trocáveis e $\text{CTC}_{\text{pH}7}$, em $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$, cálcio 8,1; magnésio 5,3; sódio 0,2; potássio 0,73 e $\text{CTC}_{\text{pH}7}$ 37,1; saturação por bases 38%; argila 16 g cm^{-3} .

Esses valores, de acordo com Comissão de Química e Fertilidade do Solo do NRS/SBCS (2016), para a cultura do milho, foram interpretados como: P=muito baixo, K=baixo, Ca=baixo, Mg=médio, $\text{CTC}_{\text{pH}7}$ =baixa.

O experimento foi instalado em 11 de setembro de 2015, em delineamento de blocos completos ao acaso, com três repetições, em esquema unifatorial. O fator

de tratamento testado foi cinza, com 21 níveis, além de duas testemunhas, adubação mineral e solo. A unidade experimental foi composta por um vaso (balde plástico) com capacidade de 6 kg.

Em cada vaso foram colocados 5,85 kg do solo com teor de umidade de 12%, tamisado em peneira de 10 mm e foi adicionados 50 g/vaso de CCA, seca em estufa com temperatura controlada (60-65°C) e tamisada em peneira de 2 mm, correspondendo a dose de 20 t ha⁻¹.

A incorporação das CCA ao solo foi feita em uma bandeja plástica com o auxílio de uma pá de jardim. O mesmo processo foi utilizado para a testemunha com adubação recomendada.

No tratamento controle com adubação mineral recomendada, foi feita a correção do pH com a adição de 1,89 g vaso⁻¹ de óxido de cálcio (CaO) e 0,45 g vaso⁻¹ de óxido de magnésio (MgO), e os fertilizantes minerais foram 6,36 g/vaso de super fosfato simples e de 0,52 g/vaso de cloreto de potássio PA.

Posteriormente os vasos foram identificados e cobertos com filme plástico, com o objetivo de tornar o meio propício à germinação das sementes.

A adubação nitrogenada foi parcelada em duas ocasiões, sendo a primeira com a incorporação da CCA e a outra na semeadura, onde foram aplicados 50 mg kg⁻¹ de N. A fonte de N utilizada foi uma solução de sulfato de amônio na concentração de 62,5 g L⁻¹, e a aplicação foi de 20 ml de solução em cada vaso com o uso de uma seringa de plástico.

No dia 8 de outubro de 2015, após 27 dias após a incubação, foi feita uma amostragem do solo em cada vaso e a semeadura. As amostras de solo de cada unidade experimental foram coletadas, secas e peneiradas em peneira de 2 mm para a determinação das características químicas, segundo método descrito por (Tedesco et al. 1995) (Apêndice 2). Foi realizada a semeadura de oito sementes de milho da variedade SHS 4080 e, os vasos foram cobertos com filme plástico. Depois de uma semana iniciou a germinação e o filme plástico foi removido. Após 20 dias da semeadura foi realizado o desbaste, mantendo-se quatro plantas por vaso e, adicionando a segunda dose de sulfato de amônio.

A parte aérea das plantas de milho foi coletada após 40 dias de cultivo levada ao laboratório e colocada em estufa (60-65 °C), para a determinação da produção de massa seca. As plantas foram moídas e submetidas à análise dos teores totais de: fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca) e Magnésio (Mg) determinados

segundo descrito por Tedesco et al. (1995). O teor total de Silício (Si) foi determinado segundo método descrito por Korndörfer e Pereira (2016).

3.4. Atributos físicos e químicos das 21 amostras de CCA

3.4.1. Densidade, pH, poder de neutralização (PN) e condutividade elétrica (CE)

A densidade da CCA foi determinada usando cachimbo para solos de 10 cm⁻³, e o volume de CCA pesado em balança analítica. As medidas foram feitas com duplicata. As determinações do Poder de Neutralização (PN), pH e da Condutividade elétrica (CE) foram feitos conforme Tedesco et al., 1995. As soluções usadas para a determinação do PN, foram modificadas porque a CCA apresenta em média baixo PN. As soluções de ácido clorídrica e de hidróxido de sódio foram diluídas 100 vezes.

3.4.2. Teor de Carbono(C) e nitrogênio total (N)

O teor de carbono orgânico (CO) foi determinado pelo método Walkley-Black e o de N total conforme (Tedesco et al.,1995).

3.4.3. Determinação dos teores totais de Si, P, K, Ca e Mg

1. Determinação por Fluorescência de Raio X com Energia Dispersiva (EDXRF-720). As determinações por esta técnica não são quantitativas, os resultados fornecidos foram interpretados em porcentagem de elemento e convertidos para g do elemento por Kg⁻¹ de CCA.

2. Digestão com ácido nítrico (HNO₃) e ácido perclórico (HClO₄) na relação 2:1 segundo Vitti et al. (1999).

3. Digestão com peróxido de hidrogênio (H₂O₂), ácido sulfúrico (H₂SO₄) e mistura digestora: sulfato de cobre (CuSO₄.2H₂O), sulfato de sódio (Na₂SO₄) e selenito de sódio (Na₂SeO₃).

4. Digestão com ácido nítrico (HNO₃), ácido perclórico (HClO₄) e ácido fluorídrico (HF) em micro-ondas (CEM modelo MARS). (Apêndice 5).

3.4.4. Métodos de extração testados para os nutrientes Si, P, K, Ca e Mg nas 21 amostras de CCA

O experimento foi estabelecido em delineamento completamente casualizado, com três repetições. Os fatores de tratamento foram arranjos em esquema bifatorial, o fator de tratamento A testou as cinzas, com 21 níveis, e o fator B, os métodos, com seis níveis:

Método 1	Água destilada
Método 2	Cloreto de potássio (KCl) 1,0 Mol L ⁻¹
Método 3	Acetato de amônio (C ₂ H ₃ O ₂ NH ₄) 0,5 Mol L ⁻¹ a pH 7,0;
Método 4	Mehlich 1: ácido sulfúrico (H ₂ SO ₄) 0,0125 Mol L ⁻¹ e ácido clorídrico (HCl) 0,05 Mol L ⁻¹
Método 5	Ácido clorídrico (HCl) 0,1 Mol L ⁻¹
Método 6	Mehlich 3: ácido acético (CH ₃ COOH) 0,2 Mol L ⁻¹ , ácido nítrico (HNO ₃) 0,013 Mol L ⁻¹ , nitrato de amônio (NH ₄ NO ₃) 0,25 Mol L ⁻¹ , fluoreto de amônio (NH ₄ F) 0,015 Mol L ⁻¹

As variáveis avaliadas foram concentração de Si, P, K, Ca e Mg. Todas as determinações foram feitas em triplicatas, na proporção de 1:20, sendo 2,5 g de CCA e 50 ml de extratora, conforme parâmetro estabelecido para substratos pelo Ministério da Agricultura do Brasil (2007). As extrações foram feitas em snap-cap com capacidade de 80 ml, a agitação foi feita por 30 min com 120 bpm (batidas por minuto) em mesa agitadora (Tecnal modelo 240). No dia seguinte as amostras foram filtradas em membrana de celulose (45 µm), em sistema de filtração a vácuo usando filtro com aspirador elétrico (NS modelo UW4). Os teores de fósforo e silício foram determinados por espectrofotometria UV-visível nos comprimentos de onda 660 e 820 nm, o teor de potássio por fotometria de chama, e os teores de cálcio e magnésio por espectrofotometria de absorção atômica (S-Series da Thermo Cientific), nos comprimentos de onda 422,5 e 285,2 nm. (Figura 3).

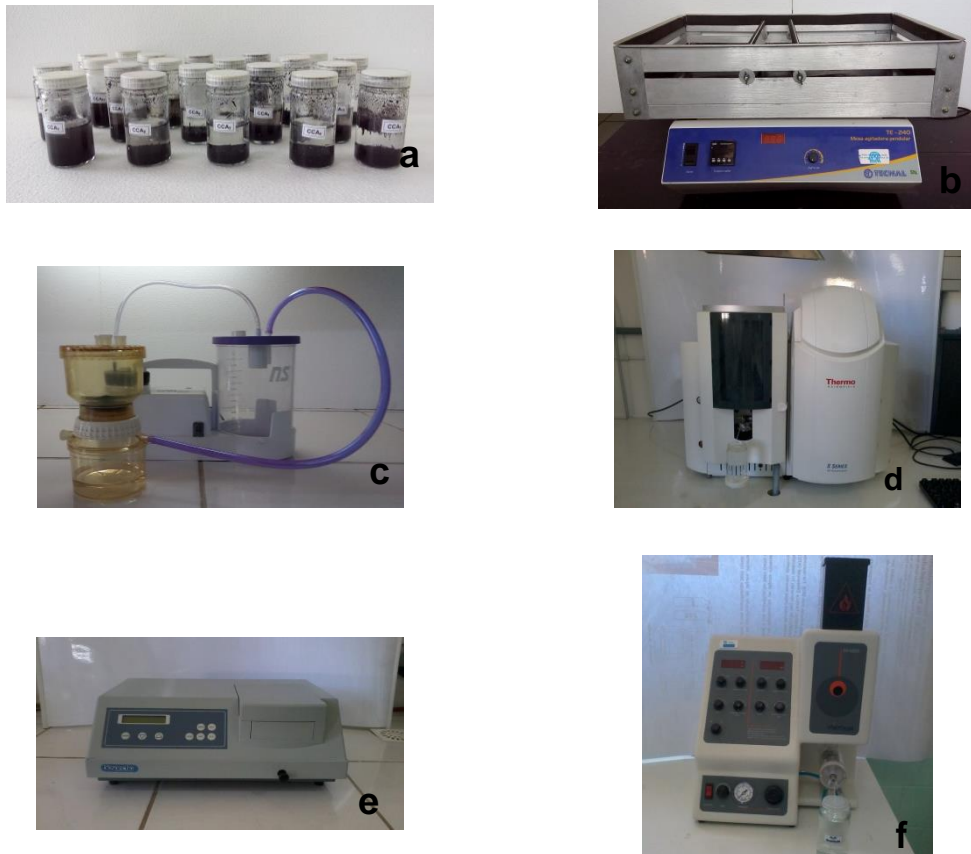


Figura 3 – a) frascos snap-cap; b) Agitador horizontal; c) Sistema de filtração; d) Espectrofotômetro de Absorção Atômica; e) Espectrofotômetro UV-visível f) Fotômetro de Chama

3.5 Análise Estatística

Os teores de macronutrientes e micronutrientes e matéria seca da parte aérea do milho, as correlações entre os seis métodos de extração e as correlações entre a quantidade de Si, P, K Ca e Mg acumulada na parte aérea do milho e os teores de Si, P, K, Ca e Mg extraídos pelos seis métodos foram analisados quanto à normalidade pelo teste de Shapiro Wilk; à homocedasticidade pelo teste de Hartley; e, a independência dos resíduos por análise gráfica. Posteriormente, os teores de macronutrientes e micronutrientes e matéria seca da parte aérea do milho os dados foram submetidos à análise de variância através do teste F ($p \leq 0,05$). Constatando-se significância estatística, os efeitos das cinzas foram comparados pelo teste de Scott-Knott ($p \leq 0,05$). As comparações com as testemunhas (adubação mineral e solo) foram realizadas com o teste de Dunnet ($p \leq 0,05$).

As correlações entre os seis métodos e as correlações entre a quantidade de Si, P, K, Ca e Mg acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si, P, K, Ca e Mg extraído pelos seis métodos: água, cloreto de potássio $1,0 \text{ Mol L}^{-1}$, acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$, Mehlich 1, ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ e Mehlich 3, não atenderam aos pressupostos para uma análise paramétrica e, portanto, as correlações foram analisadas através do coeficiente de correlação de Spearman (ρ).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Atributos físicos e químicos da CCA

4.1.1. Densidade, pH, poder de neutralização e condutividade elétrica

As distribuições de frequência dos valores observados de densidade, pH, poder de neutralização de acidez (PN) e condutividade elétrica do extrato aquoso (CE) das 21 amostras de CCA (CCAs) do Estado do RS são apresentados na Figura 4 e os respectivos dados brutos estão listados no apêndice 2.

As densidades das CCAs variaram entre 0,14 e 0,68 g cm⁻³, sendo que 56% das amostras possuem densidade entre 0,1 e 0,2 g cm⁻³, 39% entre 0,2 e 0,5 g cm⁻³ e 5% entre 0,6 e 0,7% (Figura 5). Segundo Angel et al. (2009), o tamanho médio de partículas de CCA é 90 µm. A amostra 21 passou por um processo de moagem antes da coleta, apresentando tamanho médio de partículas < 53 µm e densidade de 0,68 g cm⁻³.

O conhecimento da densidade do material é importante para a conversão de dosagens de massa para volume por ocasião da aplicação da CCA numa lavoura, pois a medida de volume no campo é mais operacional do que a medida de massa. Ocorre que os resultados de análise química são expressos geralmente em função da massa e quando o objetivo for aplicar uma certa dosagem de nutriente ou estimar a dosagem de nutriente a partir de uma dosagem de CCA é necessário converter massa em volume e vice-versa. Islabão (2013) usou uma CCA com densidade de 0,182 g cm⁻³ e constatou que esta densidade não é alterada pela umidade do material. A grande variação da densidade entre as amostras indica que é importante determiná-la antes de utilizar uma determinada CCA. Entretanto, na ausência de tal determinação é possível utilizar o valor mediano de 0,22 g cm⁻³ para uma conversão aproximada entre massa e volume quando necessário.

O pH da CCA ficou entre 4,3 a 10,9, com a mediana de 9,5 (Figura 4). Entretanto, apenas uma amostra teve pH menor do que 7, com o valor absoluto de 4,3. Nas outras 20 amostras o pH variou de 7,3 a 10,9, sendo que 52% tiveram pH entre 9,5 e 10,8. Este parâmetro apresentou o menor coeficiente de variação entre todas as variáveis analisadas, 17%. A CCA é um material com caráter alcalino por apresentar na sua composição de 10 a 25% de óxidos, o que evidencia que na

amostra com o valor de pH de 4,3 foi acrescentado algum material com caráter ácido.

O PN variou entre 0 e 31,5%, com a mediana 0,8%, mas 90% das amostras apresentaram valores entre 0,3 e 1,5%. Este parâmetro químico foi o que apresentou o maior coeficiente de variação, 297%. Das amostras analisadas a amostra cinco apresentou o valor de PN nulo e o valor do pH de 4,3 e a amostra 16 apresentou o maior valor de pH de 10,9 e de PN de 31,5%, índice próximo aos corretivos de acidez do solo, deixando em dúvida que outros materiais tenham sido incorporados a estas amostras antes da coleta. Sandrini (2010), Islabão (2013) e Rosado (2016) encontraram valores de PN 22,1%, 0,91% e 0,76% de PN. Conhecer o PN é importante para estimar o efeito da CCA no pH do solo em que ela for incorporada, de modo que possa ser calculada a dosagem do material mais adequada para um determinado solo. Considerando-se a grande variação desse parâmetro entre as amostras constata-se que esta variável precisa ser conhecida por ocasião da estimativa da dose a ser aplicada ao solo.

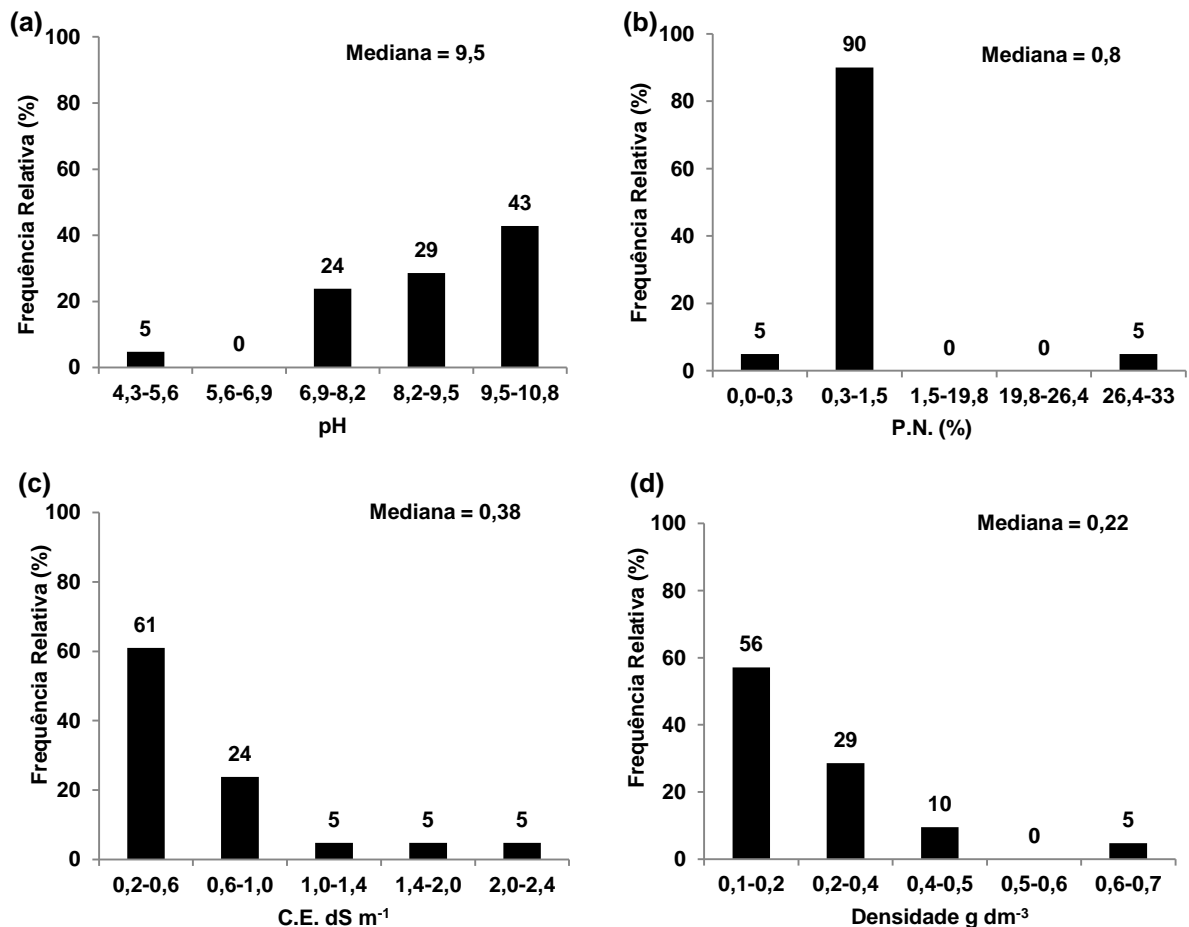


Figura 4 - Distribuição de frequência dos valores de pH(a), PN(b), CE(c) e densidade(d) em 21 amostras de CCA do Estado do RS.

A C.E. ficou entre 0,20 a 2,07 dS m⁻¹ com a mediana de 0,38 dS m⁻¹, sendo que 61% ficaram entre 0,2 e 0,6 dS m⁻¹ e 15%, corresponderam a 3 amostras com valores entre 1,0 e 2,07 dS m⁻¹. Fermino et al (2010) usando CCA como substrato em morangueiro determinaram a C.E., na proporção 1:20, e o resultado foi de 0,18 dS m⁻¹, valor um pouco abaixo da faixa dos valores das CCAs obtidos neste trabalho. Dafico (2001) encontrou o valor de 5,60 dS m⁻¹ para CCA utilizada em concreto de alto desempenho. Este valor está acima dos valores encontrados neste trabalho. Estes resultados evidenciam que as CCA têm variabilidade muito grande nos seus atributos físico-químicos.

4.1.2. Carbono orgânico e nitrogênio total

Os teores de carbono orgânico (CO) variaram entre 1,64 e 146,69 g kg⁻¹, com a mediana de 24,59 g kg⁻¹, desvio padrão de 30,8 e coeficiente de variação 99% (Figura 5). Islabão (2013) encontrou valores de carbono de 72,3 g kg⁻¹ e Rosado (2016), 29,8 g kg⁻¹.

O CO foi determinado pelo método Walkley-Black. Em amostras de solo é considerado que este método oxida em média 75% do CO total, de modo que é usado um coeficiente para corrigir os dados (Page et al., 1982). Este mesmo fator foi utilizado nos cálculos por ocasião da determinação dos teores de C nas amostras da CCA. Os teores de C total das amostras podem ser maiores do que os determinados porque substâncias muito resistentes ao ataque da mistura sulfocrômica do método podem ser formadas pela reação entre carbono e silício durante a combustão da casca. Por outro lado, os teores de CO da CCA são muito influenciados pela temperatura de combustão na indústria. Conforme constatado por Gonçalves & Bergmann (2007), o teor de CO diminui drasticamente com o aumento da temperatura durante a queima. Logo, a variação nos teores de CO entre as amostras pode, pelo menos em parte, ser consequência das diferenças de temperatura no processo de queima ou ainda por adição de algum resíduo orgânico proveniente do beneficiamento do arroz à amostra.

Os teores de nitrogênio situaram-se entre 0,36 e 5,90 g kg⁻¹, com a mediana de 1,29 g kg⁻¹, desvio padrão de 1,21 e coeficiente de variação 99% (Figura 6). Kath (2013) encontrou 0,98 g kg⁻¹ de N total na CCA utilizada em seu experimento. O teor de N na casca de arroz é naturalmente baixo, da ordem de 4 g kg⁻¹ conforme dados médios citados por Vieira (2014). Durante o processo de

queima grande parte do N pode ainda ser perdida por volatilização nas formas de monóxido de nitrogênio (NO) e dióxido de nitrogênio (N₂O), resultando num material pobre em N. Logo, pode-se inferir que a CCA não é, normalmente, uma fonte importante de N para as plantas. Entretanto, em algumas amostras os teores de nitrogênio podem ser muito maiores do que o valor mediano de 1,29 gkg⁻¹, chegando a 5,90 gkg⁻¹, o que pode ser consequência, principalmente, da adição de resíduos com alto teor de N antes do descarte da CCA pelas beneficiadoras como água de lavagem da parborização do arroz.

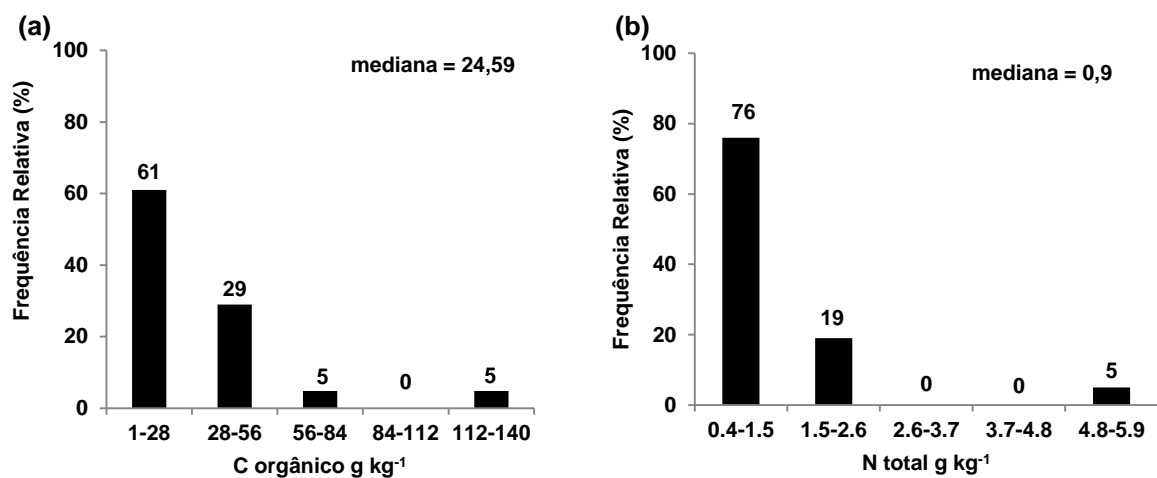


Figura 5 - Distribuição de frequência dos parâmetros físico-químicos: (a) CO e (b) N total avaliados nas 21 amostras de CCA do Estado do RS.

4.1.3. Teores “totais” de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio

4.1.3.1. Fluorescência de Raio X

O laudo do laboratório de análise e caracterização de materias do CDTec (Centro de Desenvolvimento Tecnológico) da Universidade Federal de Pelotas mostra a porcentagem de cada elemento sobre a soma dos elementos detectados por fluorescência de raio X (EDX-720) em cada uma das CCAs sem incluir a quantidade de oxigênio, carbono e outros elementos presentes em amostras de CCA (Apêndice 4). A determinação dos teores totais por Fluorescência de Raio X com energia dispersiva (EDXRF-720) detectou 20 elementos químicos entre as 21 amostras de CCA: silício (Si), potássio (K), cálcio (Ca), manganês (Mn), ferro (Fe), fósforo (P), tungstênio (W), zinco (Zn), cobre (Cu), rubídio (Rb), ouro (Au), cromo (Cr), arsênio (Sr), enxofre (S), bromo (Br), telúbio (Tb), alumínio (Al), titânio (Ti),

níquel (Ni) e bário (Ba), sendo que destes somente o Si, K, Ca, Mn, Fe e o P foram detectados nas CCAs (Apêndice 3).

O laudo mostra a porcentagem do elemento em função do total de elementos detectados nas CCAs, onde os teores de Si foram superiores a 80% nas CCAs e, somente a amostra cinco apresentou 55,8% e a amostra 16, 30% de Si.

Os teores K nas amostras variaram de 4,1% a 11,9%, representando o elemento com a segunda maior porcentagem entre os elementos detectados em cada amostra. Na amostra cinco a porcentagem de K foi de 4,8%, inferior a de Fe 31,4% e de Si de 55,8%. Na amostra 16, a porcentagem de K foi de 10,8%, sendo inferior a de Si de 29,9% e de cálcio de 48,2%.

Em relação aos teores totais de P nas amostras, as porcentagens variaram de 0,30 a 3,63% e, na amostra seis não se detectou a presença de P.

Os teores totais de Ca nas amostras variaram de 1,67 a 48,2%.

O magnésio não foi detectado nas amostras, devido a baixa banda no espectro, conforme informação do técnico responsável pela análise.

Para saber o teor do elemento em g kg^{-1} nas amostras foi necessário uma interpretação dos teores totais apresentados no laudo técnico do laboratório de análise e caracterização de materiais do CD Tec (Centro de Desenvolvimento Tecnológico) da Universidade Federal de Pelotas (Apêndice 4). Para tanto foi necessário calcular o fator óxido-elemento, a % do elemento como óxido e o teor de óxido para então calcular o teor de elemento em g kg^{-1} .

O teor total dos elementos em g kg^{-1} detectados por Fluorescência de Raio X com energia dispersiva (EDXRF-720) variaram entre 478,13 a 611,03 g kg^{-1} nas 21 amostras de CCA. Os teores de Si variaram de 182,73 a 438,20 g kg^{-1} nas CCAs. Islabão (2013) encontrou 410,5 g kg^{-1} de Si em uma amostra de CCA.

Os teores totais de Ca nas amostras variaram de 9 a 295 g kg^{-1} , sendo que a amostra 16 apresentou o maior valor de 295 g kg^{-1} superior aos teores de Si de 183 g kg^{-1} e de K de 66 g kg^{-1} .

Em relação ao K os teores totais variaram de 19,9 a 65,9 g kg^{-1} e os teores de P variaram de 1,5 a 23,8 g kg^{-1} nas 21 amostras de CCA.

4.1.3.2. Digestão ácida

Os teores de Si, P, K Ca e Mg nas amostras foram determinados por três métodos de digestão ácida:

Método 1 ácido nítrico (HNO_3) e ácido perclórico (HClO_4) (2:1)

Método 2 peróxido de hidrogênio (H_2O_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4) e mistura digestora: (selenito de sódio (Na_2SeO_3), sulfato de sódio (Na_2SO_4) e sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$))

Método 3 ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) (4:2:1)

Para tanto foi usado forno de micro-ondas, em sistema fechado, com temperatura, pressão e tempo de exposição para a análise de tecido vegetal, e as determinações foram feitas segundo Tedesco et al (1995) que apresentaram uma variabilidade nas CCAs em cada método e os teores em cada amostra (tabela 2).

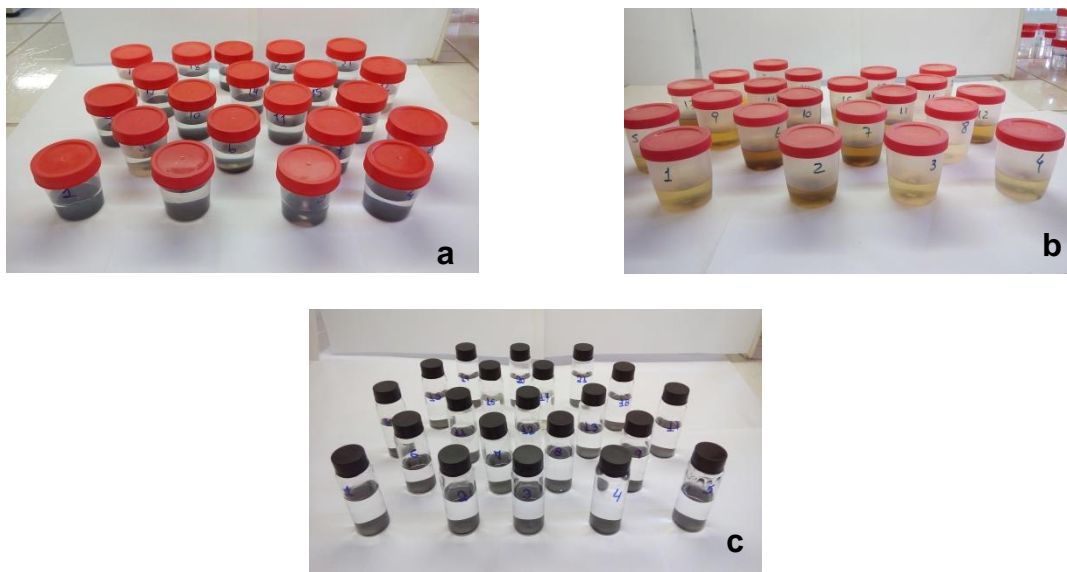


Figura 6 – Digestões: a) - peróxido de hidrogênio (H_2O_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4) e mistura digestora: (selenito de sódio (Na_2SeO_3), sulfato de sódio (Na_2SO_4) e sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)); b) - ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) (4:2:1) e c) - ácido nítrico (HNO_3) e ácido perclórico (HClO_4) (2:1).

No método de digestão com ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) (4:2:1), os extratos apresentaram coloração amarelada (Figura 6b). Nos três métodos de digestão observou-se a presença de resíduo precipitado, de coloração escura, indicando que a digestão foi incompleta.(Figura 6).

Os teores de Ca e Mg não apresentaram diferença significativa pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$) comparando os métodos (Tabela 2). A amostra 16 apresentou os maiores teores de Ca e Mg (Apêndice 5).

Os teores de K nas CCAs apresentaram diferença significativa pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$) comparando os métodos. Os teores de K obtidos pelo método três (ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) na proporção 4:2:1) foram em média 2 vezes maiores do que os teores obtidos pelo método um (ácido nítrico e ácido perclórico na proporção 2:1) na média das amostras (Tabela 2). A presença do ácido fluorídrico e o sistema de digestão em forno de micro-ondas podem ter contribuído para aumentar o poder de digestão da amostra (Apêndice 5).

Os teores de P foram determinados nos métodos 1 e 2: ácido nítrico (HNO_3) e ácido perclórico (HClO_4) (2:1) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4) e mistura digestora: (selenito de sódio (Na_2SeO_3), sulfato de sódio (Na_2SO_4) e sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)). No método um os teores variaram de 619 mg kg^{-1} a $17.026 \text{ mg kg}^{-1}$ e no método dois, de 621 mg kg^{-1} a $14.391 \text{ mg kg}^{-1}$. Os teores médios de P não apresentaram diferença significativa pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$) comparando os métodos (Tabela 2), somente nas amostras seis e oito os valores foram distintos (Apêndice 5). No método três não foi possível a determinação dos teores de P: a presença do ácido fluorídrico na digestão das amostras pode ter influenciado na formação do complexo fósforo molibdídeo de coloração azul para leitura em espectrofotômetro UV/Visível.

Segundo Korndörfer (1996) a determinação de Si deve ser feita em recipiente plástico para evitar a contaminação de silício do borossilicato presente na vidraria. Nos métodos por digestão em meio ácido foram utilizados tubos de digestão de vidro.

A determinação de Si por espectrofotometria UV/visível não foi possível nos três métodos. Esta técnica de análise baseia-se na formação de um complexo com molibdato e, o elemento desenvolvendo uma cor característica, a leitura é feita em um determinado comprimento de onda.

Tabela 2 – Teores médios de Si, P, K, Ca e Mg obtidos por fluorescência de raios X, três métodos de digestão e seis métodos de extração. UFPel/RS, 2016/17

Métodos	Elemento				
	g kg ⁻¹				
	Si ⁽¹⁾	P	K	Ca	Mg
FRX	417,012	5,477	35,002	16,999	
NP	0,271 ^{1/e}	1,856b	4,457c	4,721a	0,943a
AS+PH		1,740b	6,984b	4,481a	1,048a
NP+HF			8,424a	4,815a	1,258a
Água	0,343d	0,483e	1,794g	0,044f	0,080e
KCl	0,550b	0,558e		0,327e	0,257d
AA	0,440c	0,770d	3,248e	0,617d	0,397c
Mehlich 1	0,077f	0,923c	3,158e	1,952c	0,713b
HCl 0,1 M	0,066f	1,636b	2,773f	2,091c	0,574c
Mehlich 3	0,832a	1,967A	3,598 d	2,402b	0,809b

^{1/} Médias acompanhadas por mesma letra minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$) comparando os métodos. ⁽¹⁾ Korndorfer et al., 2016; ⁽²⁾ Tedesco et al., 1995. FRX-fluorescência de raio X com energia dispersiva (EDX 720); NP-digestão nitro-perclórica; AS+PH digestão com ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio; NP+HF digestão nitro-perclórica e ácido fluorídrico.

4.1.4. Teores solúveis de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio por seis métodos de extração

De modo geral, os extratos apresentaram pequena variação em volume de sobrenadante e, a maioria das extrações não apresentou cor, com exceção do extrator Mehlich 3 que apresentou coloração amarelada nas amostras 5 e 16.

O método Mehlich 3 foi o que apresentou maior poder de extração de Si, P, K, Ca e Mg e a água destilada foi a que apresentou o menor poder de extração.

Em geral, o poder de extração dentre os extratores testados obedeceu a seguinte ordem: a) para o P: métodos 6 > 5 > 4 > 3 > 2 > 1; para o K: métodos 6 > 5

> 4 > 3 > 1; para o Ca: métodos 6 > 5 > 4 > 3 > 2 > 1; para o Mg: métodos 6 > 4 > 5 > 3 > 2 > 1.

Em relação ao Si, o método cinco (ácido clorídrico 0,1 mol L⁻¹) foi o que apresentou o menor poder de extração e o método seis (ácido acético (CH₃COOH) 0,2 mol L⁻¹, ácido nítrico (HNO₃) 0,013 mol L⁻¹, nitrato de amônio (NH₄NO₃) 0,25 mol L⁻¹ e fluoreto de amônio (NH₄F) 0,015 mol L⁻¹) o que apresentou os maiores teores. Os extratores ácidos não apresentaram maior capacidade extrativa do que os extratores salinos e a água. O poder de extração dentre os extratores testados para o Si, obedeceu a seguinte ordem: 6 > 3 > 2 > 1 > 4 > 5. (Apêndice 6).

Na amostra 5, tanto o valor de pH de apenas 4,3 bem como os teores de Ca, Mg, P, K e Si extraídos pelos seis métodos evidenciam que nesta amostra pode ter sido acrescentado outros resíduos sólidos ou líquidos após sair do forno na beneficiadora. Em relação aos teores de P extraído pelos seis métodos pode-se observar que os teores de P na amostra 5 são em média seis vezes maiores que os teores de P extraídos nas outras 20 amostras de CCA. Os parâmetros físicos e químicos desta amostra diferiram muito das demais. Com o objetivo de confirmar estes valores foi feita uma nova coleta posteriormente no mesmo engenho e verificou-se que os resultados diferiram da primeira coleta (CCA 5A) (Apêndice 5).

4.1.5 Correlações entre os teores de silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio extraíveis por seis métodos

Para descrever as correlações em palavras partindo do valor numérico foi adotada a seguinte interpretação:

Valor de (ρ)	Interpretação
0,00 a 0,19	Correlação bem fraca
0,20 a 0,39	Correlação fraca
0,40 a 0,69	Correlação moderada
0,70 a 0,89	Correlação forte
0,90 a 1,00	Correlação muito forte

As correlações entre os teores de Si, P, K, Ca e Mg extraídos pelos seis métodos apresentaram coeficientes de correlação (ρ) entre 0,03 a 0,986 com valores de probabilidade $p < 0,0001$ a 0,88, evidenciando a presença de correlações bem fracas a muito fortes (Callegari et al., 2003).

Spier (2012) comparando métodos de extração de nutrientes em substratos, cita que coeficientes de correlação por volta de 0,7 são considerados satisfatórios, sempre que o valor da probabilidade (p) for $< 0,05$. Segundo Bortolon (2005) alguns autores aceitam valor baixo para o coeficiente de correlação, por volta de 0,3 com o valor da probabilidade (p) $< 0,05$.

As amostras 5 e 16 não foram incluídas nas correlações por apresentarem teores muito fora da faixa das demais amostras.

4.1.5.1. Silício

Houve correlação significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de Si extraídos com água e cloreto de potássio 1 Mol L^{-1} com os outros métodos, onde os coeficientes de correlação de Spearman (ρ) foram de 0,597 a 0,859, entre a água e os outros métodos; entre o cloreto de potássio e os outros métodos foram de 0,541 a 0,705 (tabela 3). A correlação da extração com água e com a solução ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ foi a mais alta para esse nutriente. As correlações foram do tipo moderada a forte.

Houve correlação significativa entre os teores de Si extraídos com a solução de acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$ e as soluções: Mehlich 1, ácido clorídrico e Mehlich 3, apresentando coeficiente de correlação de Spearman (ρ) 0,333 a 0,734.

Tabela 3 - Coeficientes de correlação de Spearman e valores de p entre os teores extraídos de Si em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Métodos	Método 1	Método 2	Método 3	Método 4	Método 5	Método 6
1- Água	1,000	0,692 ⁽¹⁾ <0,0001 ⁽²⁾	0,650 <0,0001	0,686 <0,0001	0,859 <0,0001	0,597 <0,0001
2- KCl 1 Mol L^{-1}		1,000	0,692 <0,0001	0,541 <0,0001	0,705 <0,0001	0,698 <0,0001
3-AA $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$			1,000	0,333 <0,0001	0,495 <0,0001	0,734 <0,0001
4- Mehlich - 1				1,000	0,778 <0,0001	0,220 <0,0001
5- HCl $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$					1,000	0,385 <0,0001
6- Mehlich - 3						1,000

⁽¹⁾Coeficiente de correlação de Spearman (ρ). ⁽²⁾Valores de p .

Não houve correlação entre os teores de Si extraídos pela solução Mehlich 1 e a solução Mehlich 3 onde o coeficiente de correlação de Spearman (ρ) foi de

0,220 e $p=0,100$. Os valores obtidos nas 21 amostras de CCA analisadas por estes métodos apresentaram uma diferença de 10 a 12 vezes maior nos valores obtidos pela solução de Mehlich 3 em relação a solução de Mehlich 1, mas houve correlação significativa ($p < 0,0001$) com o coeficiente de correlação de Spearman de 0,778 com a solução de ácido clorídrico, indicando uma correlação forte. O poder extrativo dessas duas soluções para o Si foi menor em relação as outras soluções apresentadas, mas os valores obtidos foram muito próximos nas 21 amostras de CCA entre as soluções.

4.1.5.2. Fósforo

Houve correlação significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de P extraídos com a água e as soluções: cloreto de potássio, acetato de amônio, Mehlich 1 e ácido clorídrico, apresentando coeficientes de correlação de Spearman de (ρ) 0,491 a 0,920, moderadas a muito fortes, mas a correlação com a solução Mehlich 3 foi fraca, com o coeficiente de correlação de Spearman de (ρ) 0,328 (tabela 4). A correlação entre os teores de P extraídos pela solução cloreto de potássio e os teores de P extraídos pela solução acetato de amônio foi forte; as outras soluções apresentaram correlações fracas e muito fracas.

Tabela 4 - Coeficientes de correlação de Spearman e valores de p entre os teores extraídos de P em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Método	Método 1	Método 2	Método 3	Método 4	Método 5	Método 6
1- Água	1,000	0,920 ⁽¹⁾ <0,0001 ⁽²⁾	0,832 <0,0001	0,491 0,0001	0,569 <0,0001	0,328 0,031
2- KCl 1 M		1,000	0,828 <0,0001	0,479 0,0002	0,561 0,0001	0,342 0,009
3-AA 0,5 M			1,000	0,526 <0,0001	0,773 <0,0001	0,366 0,0051
4- Mehlich - 1				1,000	0,652 <0,0001	0,277 0,037
5- HCl 0,1 M					1,000	0,574 <0,0001
6- Mehlich - 3						1,000

⁽¹⁾Coeficiente de correlação de Spearman (ρ). ⁽²⁾Valores de p .

4.1.5.3. Potássio

Houve correlação moderada a muito forte e significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de K extraídos com água e as soluções: cloreto de potássio, acetato de

amônio e Mehlich 3. Por outro lado houve correlação significativa ($p < 0,0007$) entre os teores de K extraídos com água e com a solução Mehlich 1, mas apenas moderada.

Houve correlação significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de K extraídos com a solução de acetato de amônio e as soluções: Mehlich 1, ácido clorídrico e Mehlich 3, todas fortes.

Em relação aos teores de K extraídos pela solução Mehlich 1 e os teores extraídos pelas soluções de ácido clorídrico e Mehlich 3 as correlações foram moderadas.

A correlação entre os teores de K extraído pelo ácido clorídrico e os teores extraídos pela solução de Mehlich 3 apresentou coeficiente de Spearman (ρ) de 0,955. Esse valor, dentre as correlações para este nutriente, foi a que apresentou melhor linearidade e os valores obtidos em cada CCA foram próximos, com uma maior extração na solução de Mehlich 3. A formação do complexo fósforo-molibdídico na determinação por espectrofotometria UV-visível é mais eficiente na faixa de pH entre 2-2,5 e essas soluções apresentam pH nesta faixa.

Tabela 5 - Coeficientes de correlação de Spearman e valores de p entre os teores extraídos de K em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Método	Método 1	Método 3	Método 4	Método 5	Método 6
1- Água	1,000	0,639 ⁽¹⁾ <0,0001 ⁽²⁾	0,437 0,0007	0,855 <0,0001	0,856 <0,0001
3-AA 0,5 M		1,000	0,705 <0,0001	0,721 <0,0001	0,737 <0,0001
4- Mehlich - 1			1,000	0,456 0,0004	0,459 0,0003
5- HCl 0,1 M				1,000	0,955 <0,0001
6- Mehlich - 3					1,000

⁽¹⁾Coeficiente de correlação de Spearman (ρ). ⁽²⁾Valores de p .

4.1.5.4. Cálcio

Houve correlação significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de Ca extraídos com água e a solução de cloreto de potássio, apresentando coeficiente de correlação de Spearman (ρ) de 0,771, mas não houve correlação significativa com os outros métodos testados (tabela 6). As correlações entre a solução de cloreto de potássio e os outros métodos foram fracas a moderadas.

Houve correlação significativa ($p < 0,0001$) entre os teores de Ca extraídos com a solução de acetato de amônio e as soluções de Mehlich 1, ácido clorídrico e

Mehlich 3 apresentando correlações do tipo moderadas e fortes, e correlações muito fortes entre as soluções de ácido clorídrico e Mehlich 3 com a solução de Mehlich 1. Os valores obtidos com esses três métodos foram muito próximos.

Entre todas as correlações apresentadas, a correlação entre os teores de Ca extraídos com as soluções ácido clorídrico e Mehlich 3 foi muito forte, com coeficiente de correlação de Spearman (ρ) de 0,968. O poder extrativo dessas soluções para o Ca foram maiores e os valores obtidos em cada CCA foram próximos, sendo que a solução de Mehlich 3 extraiu mais.

Tabela 6 - Coeficientes de correlação de Spearman (ρ) e valores de p entre os teores extraídos de Ca em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Método	Método 1	Método 2	Método 3	Método 4	Método 5	Método 6
1- Água	1,000	0,771 ⁽¹⁾ <0,0001 ⁽²⁾	0,094 0,486	0,033 0,808	0,007 0,960	-0,038 0,776
2- KCl 1 M		1,000	0,424 0,001	0,269 0,043	0,252 0,058	0,273 0,039
3-AA 0,5 M			1,000	0,631 <0,0001	0,719 <0,0001	0,775 <0,0001
4- Mehlich - 1				1,000	0,954 <0,0001	0,937 <0,0001
5- HCl 0,1 M					1,000	0,968 <0,0001
6- Mehlich - 3						1,000

⁽¹⁾Coeficiente de correlação de Spearman (ρ). ⁽²⁾Valores de p .

4.1.5.5. Magnésio

Houve correlação significativa entre os seis métodos de extração, apresentando valores de $p \leq 0,05$ e coeficientes de correlação de Spearman (ρ) entre 0,283 a 0,911 (tabela 7). As correlações entre os teores de Mg extraídos com a água e a solução de cloreto de potássio com os outros métodos apresentaram correlações do tipo fracas e moderadas. As correlações entre os teores de Mg extraídos com a solução de acetato de amônio com as soluções de Mehlich 1, ácido clorídrico e Mehlich 3 foram do tipo forte e muito forte, embora o poder extrativo dessa solução tenha sido menor que as demais. Correlacionando os teores de Mg extraído com a solução de Mehlich 1 com as soluções de ácido clorídrico e Mehlich 3, os coeficientes de correlação de Spearman foram fortes e os valores obtidos em cada CCA com esses três métodos foram próximos.

Tabela 7 - Coeficientes de correlação de Spearman e valores de p entre os teores extraídos de Mg em cada método. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Método	Método 1	Método 2	Método 3	Método 4	Método 5	Método 6
1- Água	1,000	0,439 ⁽¹⁾ 0,0006 ⁽²⁾	0,603 <0,0001	0,494 <0,0001	0,570 <0,0001	0,283 0,033
2- KCl 1 M		1,000	0,533 <0,0001	0,455 0,0004	0,543 <0,0001	0,323 0,014
3-AA 0,5 M			1,000	0,911 <0,0001	0,845 <0,0001	0,812 <0,0001
4- Mehlich - 1				1,000	0,841 <0,0001	0,878 <0,0001
5- HCl 0,1 M					1,000	0,725 <0,0001
6- Mehlich - 3						1,000

⁽¹⁾Coeficiente de correlação de Spearman (ρ). ⁽²⁾Valores de p .

4.2. Experimento com planta usando como fertilizante 21 amostras de CCA incorporadas ao solo

4.2.1. Efeitos das CCAs nos atributos químicos do solo

No experimento realizado em casa de vegetação, foram incorporadas ao solo as 21 amostras de CCA. Após a incubação, antes de semear o milho, foi coletada uma amostra de solo de cada vaso. A análise química destas amostras revelou, portanto, o estado do solo no momento da semeadura da cultura (Tabela 8).

4.2.1.1. pH em água

O pH em água não foi afetado pela aplicação de nenhuma das amostras de CCA, com exceção da amostra 16 (Tabela 8). Em relação à amostra 16, esta aumentou o pH do solo para 6,8, mais do que o calcário aplicado no tratamento adubação convencional, no qual o pH atingiu apenas 5,4. Isto é coerente com o PN da amostra 16 de CCA (31,5%), conforme apresentado no item 4.1.1.

Por outro lado, chama a atenção o pequeno efeito do calcário, uma mistura de CaO e MgO, no pH do solo. A dose dessa mistura foi calculada para atingir pH 6 pelo método SMP e equivale à aplicação de $1,5 \text{ t ha}^{-1}$ de calcário com PRNT 100%. Como é pouco provável que os óxidos não tenham solubilizado, é possível que a dose a aplicar tenha sido subestimada. Entretanto, o pH atingido no tratamento adubação convencional (5,4) é suficiente para o pleno crescimento das plantas uma

vez que o Al foi praticamente eliminado e a saturação por bases atingiu valor suficiente.

As CCAs foram aplicadas em dose única equivalente a 20 Mg ha⁻¹. Considerando um PN de 1% (a maioria tem PN < 1%, conforme discutido anteriormente) e que a reação no solo é imediata (Kath, 2015) aquela dose equivale a 0,2 t ha⁻¹ de um calcário com PRNT 100 %, o que é uma dose muito pequena de corretivo para ter efeito significativo no pH. Esse resultado é coerente com os resultados obtidos por Islabão et al (2015) segundo os quais são necessárias doses da ordem de 50 Mg ha⁻¹ para corrigir o pH do solo utilizado neste experimento.

4.2.1.2. Fósforo e Silício

Os teores de fósforo no solo em mg kg⁻¹, extraídos com solução Mehlich 1, aumentaram no mínimo o dobro e, na amostra cinco este valor foi 22 vezes maior e na amostra 16 foi de 12 vezes maior do que o valor determinado na testemunha sem incorporação de CCA. Estes valores encontrados nas amostras 5 e 16 reforçam as dúvidas quanto a inclusão de outras substâncias nestas duas amostras de CCA.

Rosado (2016), Islabão (2013), Pauletto (et al. (1990), Sandrini (2010) e Kath (2013) constataram um aumento significativo de fósforo após a incorporação de doses variadas de CCA ao solo.

Os teores de Si no solo extraível por ácido acético variaram de 5,33 a 76,01 mg kg⁻¹ entre os tratamentos após 27 dias de incubação. Excetuando-se a amostra 16 de CCA, que teve um efeito extraordinário no Si, o aumento médio provocado por todas as outras amostras de CCA no Si extraível foi de 0,95 mg kg⁻¹ quando comparado com o teor no solo sem adubação. É, portanto, um efeito muito pequeno para um material que contém tanto Si. Isto demonstra que a maior parte do Si da CCA é insolúvel no solo e o aumento observado é compatível com a pequena fração solúvel em água.

4.2.1.3. Potássio, cálcio e magnésio trocáveis

As amostras 5, 10, 16 e 19 apresentaram teores maiores de K do que a adubação mineral após 27 dias de incubação e nas CCAs incorporadas ao solo os teores foram maiores que a testemunha solo. Sandrini (2010) observou um aumento significativo do K disponível no solo com a incorporação de 17,5 Mg ha⁻¹. Islabão (2013) verificou um efeito marcante e imediato da CCA no teor de K trocável no solo,

trabalhando em experimento de campo. Santin e Vahl (1985), observaram que a aplicação de CCA ao solo apresenta potencial como fonte de K para as culturas.

A adição das 21 amostras de CCA ao solo, em média, não proporcionou aumento nos teores de Ca e Mg comparados com a testemunha solo após 27 dias de incubação, com exceção da amostra 16 que apresentou teores de Ca de 36,62 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$ e Mg de 11,37 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$. Porém, no tratamento com adubação convencional, os teores de Ca e Mg foram maiores, podendo ser decorrente da reação química do material corretivo aplicado ao solo (Malavolta, 1981).

Resultados semelhantes foram encontrados por Sandrini (2010). Sander et al. (2008), estudando o milho adubado com CCA, verificaram um aumento significativo nos teores de Ca e Mg para doses 35, 70 e 100 Mg ha^{-1} de CCA, variando de 0,65 a 1,20 $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$ de Ca e 0,30 a 1,37 $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$ de Mg.

4.2.1.4. Alumínio trocável

Os teores de Al nos tratamentos com as CCAs após 27 dias de incubação foram menores em relação à testemunha solo, mas em relação ao tratamento com adubação convencional foram maiores. Comparando a testemunha solo com a testemunha adubação mineral o decréscimo do Al foi de 13,1 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$ para 2,5 $\text{mmol}_c \text{kg}^{-1}$. Na testemunha adubação mineral foi feita a correção da acidez do solo afetando assim o teor de Al. Sandrini (2010) observou um decréscimo do teor de Al no solo com o aumento das doses de CCA.

4.2.1.5. H + Al

Os teores de H + Al nos tratamentos com as CCAs após 27 dias de incubação, em média, não diferiram em relação a testemunha solo, mas comparando com a testemunha adubação recomendada estes valores foram maiores.

Como dito anteriormente, foi feita a correção da acidez do solo na adubação recomendada, diminuindo os teores de Al. Rosado (2016) incorporando doses de CCA e lodo de estação de tratamento de efluente ao solo observou uma diminuição significativa nos teores de H + Al.

Tabela 8 - Atributos químicos do solo após 27 dias de incubação nos tratamentos: CCAs, adubação recomendada e solo. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

CCA	pH	Si ⁽¹⁾	P ⁽²⁾	K	Ca	Mg	Al	H + Al	CTC ₇	%V
	H ₂ O ⁽²⁾	mg kg ⁻¹	-----mmol _c kg ⁻¹⁽²⁾ -----							
1	4.8	5.5	4.9	0.9	7.8	6.3	10.5	29.1	44	34
2	4,8	5.9	7.3	1.7	8.4	6.7	10.2	26.7	43	39
3	4,8	6.1	9.0	1.4	8.8	6.9	10.8	26.9	44	39
4	4,8	6.0	10.3	1.3	8.2	6.5	10.7	26.9	43	37
5	4,8	6.1	56.6	2.5	9.7	7.7	9.9	28.1	48	41
6	4,8	6.4	6.3	1.6	8.1	6.5	10.8	27.8	44	37
7	4,8	6.1	11.8	1.5	8.4	6.8	10.3	28.6	45	37
8	4,8	6.3	6.8	1.4	8.2	6.3	11.0	28.1	44	36
9	4,9	6.7	9.4	1.9	9.2	7.2	10.0	26.0	44	41
10	4,9	6.3	6.4	2.0	8.8	6.8	10.8	27.4	45	39
11	4,8	6.3	8.1	1.3	10.0	6.9	11.3	26.4	45	41
12	4,8	7.0	6.5	1.8	8.5	6.6	10.5	25.7	43	40
13	4,8	6.0	6.8	1.3	8.5	6.3	10.8	25.7	42	39
14	4,8	5.9	5.6	1.2	8.4	6.3	10.7	26.7	43	37
15	4,7	6.1	5.4	0.9	8.4	6.5	11.6	26.4	42	37
16	6.8	76.0	29.7	3.8	36.6	11.4	4.7	13.0	65	80
17	4,8	7.1	3.4	1.4	8.2	8.5	12.6	25.7	44	41
18	4,7	5.9	3.4	0.7	7.5	5.9	12.4	25.5	40	36
19	4,9	6.1	11.1	2.1	7.8	6.7	11.0	25.7	42	39
20	4,8	6.1	10.3	1.8	8.6	6.8	10.5	28.0	45	38
21	4,8	7.1	7.3	1.8	8.4	6.6	11.0	28.6	45	37
A.C. ⁽³⁾	5,4	8.6	40.9	1.9	25.8	11.0	2.5	21.0	60	65
solo	4,9	5.3	2.5	0.8	8.0	6.2	13.1	29.0	44	34

⁽¹⁾ Determinado conforme Sparks (1996); ⁽²⁾ Determinado conforme Tedesco et al. (1995);

⁽³⁾ Adubação convencional.

4.2.1.6. Capacidade de troca de cátions e saturação de bases

A capacidade de troca de cátions a pH₇, avaliada pela soma dos cátions trocáveis com a acidez titulável, em média não houve alteração em relação a testemunha solo, somente na amostra 16 e na testemunha com adubação recomendada foi maior, devido aos teores de Ca nestes tratamentos de 36,62 e 25,78 mmol_c kg⁻¹, superiores aos demais.

Em relação a saturação por bases nos tratamentos com a CCA, os teores mantiveram-se baixos, mas superiores à testemunha solo e inferiores a testemunha adubação recomendada e, a amostra 16 apresentou 80% de saturação de bases, devido a concentração elevada de Ca na CCA.

4.2.2. Efeito das CCAs no crescimento e estado nutricional das plantas

A produção de matéria seca da parte aérea do milho (MSPA) apresentou variabilidade entre as CCAs pelo teste de Scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 17,7% (Tabela 9). O teste agrupou as médias em cinco grupos, em ordem crescente atribuindo letras a, b, c, d e e para cada grupo. O grupo a formado pelo tratamento cinco, foi o que diferiu das demais, apresentando $12,82 \text{ g vaso}^{-1}$ de matéria seca. O grupo b foi formado por cinco tratamentos com valores médios entre $5,61 \text{ g vaso}^{-1}$ a $6,37 \text{ g vaso}^{-1}$ de matéria seca. O grupo c formado pelo intervalo de médias entre $3,83 \text{ g vaso}^{-1}$ a $5,19 \text{ g vaso}^{-1}$, representado por 43% dos tratamentos, ou seja, nove dentre as 21 CCAs. Os grupos d e e foram representados por três tratamentos cada, cujos intervalos ficaram de $3,41 \text{ g vaso}^{-1}$ a $3,73 \text{ g vaso}^{-1}$, para o grupo d e de $2,83 \text{ g vaso}^{-1}$ a $2,44 \text{ g vaso}^{-1}$ para o grupo e.

Todas as CCAs promoveram aumento significativo na produção de MSPA em comparação com o solo sem adubação, com exceção das CCAs 14, 17 e 18, que não diferiram do solo (Tabela 9). Por outro lado, nenhuma das CCAs promoveu aumento na produção de MSPA igual ao aumento promovido pela adubação convencional (AC), com exceção da CCA 5 (Tabela 9). Estes dados corroboram com os obtidos por Silva et al. (2008) e Sandrini (2010), que constataram aumentos de MSPA de gramíneas com aplicação de CCA. (Apêndice 7)

Na média de todas as CCAs, exceto a 5, a produção de MSPA mais do que duplicou com a aplicação das CCAs em relação ao solo sem adubação: enquanto a MSPA média dos tratamentos com CCA (exceto a 5) foi $4,44 \text{ g vaso}^{-1}$, a MSPA produzida sem a aplicação de adubo ou CCA foi de $1,65 \text{ g vaso}^{-1}$. Por outro lado, aquela média equivale a apenas 32% da MSPA obtida no tratamento com adubação. Isto significa que a dosagem de CCA usada (10 g kg^{-1} de solo) foi adequada para o objetivo do trabalho, nem muito pouco, o que resultaria em efeitos nulos, nem em excesso, o que nivelaria as produções no máximo.

O efeito da CCA na produção de MSPA é consequência do suprimento de nutrientes pela CCA, limitantes no solo. Considerando que o nitrogênio (e enxofre) foi aplicado em todos os vasos em dose suficiente para que esses nutrientes não fossem limitantes, os nutrientes mais limitantes no solo eram o fósforo e, em segundo lugar, o potássio, como se pode ver da análise química do solo descrita no item Material e Métodos.

Os teores de nutrientes na MSPA (Tabelas 9 e 10) servem para aferir o estado nutricional das plantas em cada tratamento. Para tal foi adicionada uma linha no fim de cada tabela contendo a faixa considerada adequada de cada nutriente citada por Reuter & Robinson (1997) para a parte aérea da planta inteira de milho com idade aproximada de 30 dias, como é o caso do experimento.

Como pode ser verificado nas Tabelas 9 e 10, no tratamento com adubação convencional e calagem, que serve como referência, o teor de P na MSPA atingiu apenas 93% do teor crítico (limite inferior da faixa adequada), o N 86% e o K 64% enquanto que no solo sem adição de nenhum fertilizante (tratamento solo), os teores relativos atingidos equivaleram a 40, 109 e 100% do teor crítico para P, N e K, respectivamente. Os teores dos demais nutrientes analisados situaram-se dentro ou acima da faixa adequada. Os teores de N, P e K no tecido confirmam que de fato o elemento mais limitante no solo usado é o fósforo, mas mostra também que as doses destes nutrientes utilizadas na adubação do tratamento adubação convencional não foram suficientes para atender a demanda das plantas, principalmente de potássio. Isto significa que a produção de MSPA no tratamento adubação convencional não atingiu o máximo possível. Entretanto, isto não prejudica a interpretação dos efeitos das CCAs como supridoras de nutrientes.

Os teores de Si na parte aérea do milho (MSPA) apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de scott Knott ($p \leq 0,05$), coeficiente de variação de 5,8%, o menor valor entre os nutrientes (Tabela 9). O teste de scott Knott agrupou as médias em cinco grupos, conforme foi mostrado para a MSPA. O grupo a formado por um tratamento (17), foi o que diferiu das demais, apresentando $17,32 \text{ mg g}^{-1}$ de Si. O grupo b formado pelos tratamentos 6 e 18 com teores de Si de $16,03 \text{ mg g}^{-1}$ e $15,64 \text{ mg g}^{-1}$. O grupo c agrupou nove tratamentos, os tratamentos 1, 2, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 e 15, formado pelo intervalo de médias entre $13,64 \text{ mg g}^{-1}$ a $14,88 \text{ mg g}^{-1}$, representando quase metade das CCAs. No grupo d estão agrupados seis tratamentos (3, 4, 7, 16, 19 e 21), com um intervalo de $11,66 \text{ mg g}^{-1}$

e $13,21 \text{ mg g}^{-1}$. No grupo e os tratamentos 5 e 20, com valores de $10,43 \text{ mg g}^{-1}$ e $10,74 \text{ mg g}^{-1}$.

Comparando os teores de Si nos tratamentos com as CCAs e o solo não fica evidenciado de que as CCAs forneceram silício ao solo, embora a concentração do Si é maior no solo, isto porque a planta teve um crescimento prejudicado por falta de algum nutrientes, a lei do mínimo, aportando o menor valor de MSPA.

Os teores de Si em mg g^{-1} nos tratamentos com as CCAs ficaram entre $10,43 \text{ mg g}^{-1}$ e $17,32 \text{ mg g}^{-1}$, estes valores são significativos em relação à testemunha adubação convencional de $8,15 \text{ mg g}^{-1}$ pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$). Os teores de Si são superiores em relação ao tratamento com adubação recomendada, isto deve-se pelo crescimento das plantas que foi menores em relação ao crescimento da planta no tratamento com adubação convencional, isto pode ser visto pelos valores de MSPA em g vaso^{-1} . A absorção do Si ocorre continuamente pela planta, mesmo a planta apresentando deficiência de algum nutriente essencial que limite o crescimento.

Os teores de P na planta do milho em 20 dos 21 tratamentos com as CCAs não diferiram pelo teste de Scott-Knott ($p \leq 0,05$), somente o tratamento com a CCA cinco diferiu das demais e foi superior apresentando um teor de P na parte aérea do milho de $2,51 \text{ mg g}^{-1}$ e, foi significativo pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$) comparando com a testemunha solo (Tabela 9). Este resultado indica que as CCAs não forneceram fósforo na forma absorvida pelas plantas.

Comparando-se os tratamentos das CCAs com o tratamento com adubação recomendada somente não diferiu o tratamento cinco pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$). Os teores de P determinados na MSPA do milho em cada um dos 20 tratamentos foram inferiores aos do tratamento com adubação recomendada. O teor de fósforo na CCA cinco determinado pelos seis métodos de extração foi superior das demais, indicando que nesta amostra pode ter ocorrido adição de material rico em fósforo (Apêndice 6). Estes resultados diferem de Rosado (2016) e Islabão (2014) que concluíram que a CCA é fonte de fósforo para as plantas e os teores encontrados encontram-se acima do teor crítico para a cultura do milho, de $2,9 \text{ mg g}^{-1}$ de material seco da parte aérea inteira (Reuter & Robinson, 1997).

Tabela 9. Produção de matéria seca e teores totais de Silício, fósforo, potássio, cálcio e magnésio na parte aérea do milho nos tratamentos: CCAs, adubação recomendada e solo. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17.

CCA	MSPA	Si ⁽¹⁾	P ⁽²⁾	K ⁽²⁾	Ca ⁽²⁾	Mg ⁽²⁾
	--g vaso ⁻¹ --	-----mg g ⁻¹ -----				
1	3,42 d * α	14,68 c * α	1,20 b ns α	24,11 c ns α	7,49a ns β	5,28b * β
2	4,73 c * α	14,65 c * α	1,57 b ns α	33,47 b * α	6,02b * β	4,45c * α
3	5,13 c * α	11,66 d * α	1,45 b ns α	27,47 c ns α	6,43a * β	4,55c * α
4	5,19 c * α	12,10 d * α	0,84 b ns α	23,93 c ns α	6,97a ns β	4,86c * β
5	12,82 a * β	10,43 e * α	2,51 a * β	24,73 c ns α	3,29c * α	2,99e * α
6	3,83 c * α	16,03 b ns α	1,19 b ns α	37,00 a * α	6,64a * β	4,24c * α
7	6,37 b * α	12,17 d * α	1,54 b ns α	26,14 c ns α	5,94b * β	4,38c * α
8	4,07 c * α	13,64 c * α	1,12 b ns α	31,62 b ns α	6,73a * β	4,39c * α
9	5,68 b * α	14,88 c * α	1,19 b ns α	34,80 a * α	5,06b * β	3,81d * α
10	4,48 c * α	14,60 c * α	1,11 b ns α	37,62 a * α	5,50b * β	3,70d * α
11	4,25 c * α	14,22 c * α	1,12 b ns α	28,79 c ns α	6,21a * β	4,47c * α
12	4,18 c * α	14,75 c * α	0,98 b ns α	37,89 a * α	5,77b * β	3,77d * α
13	3,76 d * α	14,20 c * α	1,35 b ns α	31,26 b ns α	7,57a ns β	4,73c * β
14	2,86 e ns α	14,63 c * α	1,39 b ns α	32,24 b * α	7,41a ns β	5,01b * β
15	3,73 d * α	13,95 c * α	1,57 b ns α	25,08 c ns α	7,65a ns β	4,71c * β
16	5,68 b * α	13,21 d ns α	1,40 b ns α	39,83 a * α	8,14a ns β	5,66a * β
17	2,84 e ns α	17,32 a ns α	1,12 b ns α	35,59 a * α	7,03a ns β	4,52c * α
18	2,44 e ns α	15,64 b * α	1,22 b ns α	27,20 c ns α	7,84a ns β	5,71a * β
19	5,93 b * α	11,84 d * α	1,29 b ns α	35,68 a * α	4,17c * α	3,89d * α
20	5,61 b * α	10,74 e * α	1,44 b ns α	31,71 b ns α	6,51a * β	4,28c * α
21	4,55 c * α	12,78 d * α	1,24 b ns α	36,30 a * α	5,37b * β	3,58d * α
A.R.	13,86	8,15	2,24	15,90	6,45	5,57
Solo	1,65	17,26	0,96	24,91	9,07	7,07
C.V (%)	17,7	5,8	19,5	9,3	13,6	7,5
Faixa adequada ^{2/}	-	-	2,4 – 5,0	25 - 40	3,0 – 7,0	1,5 – 4,5

^{1/} Médias acompanhadas por mesma letra minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste de Scott-Knott ($p \leq 0,05$) comparando as cinzas. * e ns Significativo e não significativo, respectivamente, em relação à testemunha solo e ^α e ^β, Significativo e não significativo, respectivamente, em relação à testemunha adubação recomendada ambos pelo teste de Dunnett ($p \leq 0,05$). C.V.: coeficiente de variação. ⁽¹⁾ Kondorff et al., 2016; ⁽²⁾ Tedesco et al., 1995. ^{2/} Segundo Reuter & Robinson (1997)

Em relação aos teores de K na MSPA do milho, esses apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de Scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 9,3% (Tabela 9). As médias foram agrupadas em três grupos, sendo que no grupo a ficaram oito tratamentos com teores de K entre 34,80 mg g⁻¹ a 39,83 mg g⁻¹, no grupo b formado por cinco tratamentos com teores de K entre 31,62 mg g⁻¹ a 33,47 mg g⁻¹ e no grupo c os formado por oito tratamentos em que os teores de k ficaram entre 23,93 mg g⁻¹ a 28,79 mg g⁻¹, esta variabilidade também é observada

pelos teores de K determinados nas CCAs pelos seis métodos de extração (Apêndice 6).

Comparando-se os teores de K na MSPA do milho dos tratamentos com as CCAs e a testemunha solo dez tratamentos apresentaram diferença significativa pelo teste de Dunnet ($P \leq 0,05$) e estes teores foram superiores ao teor da testemunha solo. Logo, pode-se inferir que CCA pode ser uma fonte de K para as plantas de milho.

Sandrini (2010) avaliando doses de CCA constatou que o teor de potássio encontrado nas plantas cultivadas foi superior aos considerados adequados para a cultura do milho. Segundo Reuter e Robinson (1997), o teor de potássio crítico na parte aérea inteira das plantas de milho deve conter 35 mg g^{-1} .

Os teores de Ca da parte aérea do milho (MSPA) apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de Scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 13,6% (Tabela 9). O teste agrupou as médias em três grupos, em ordem crescente atribuindo letras a, b e c para cada grupo. O grupo a formado por 13 dos 21 tratamentos com CCAs apresentou valores de médias dos teores de Ca entre $6,21$ a $8,14 \text{ mg g}^{-1}$. O grupo b formado pelo intervalo de médias entre $5,06$ a $6,02 \text{ mg g}^{-1}$, representado por seis dos 21 tratamentos com CCAs e o grupo c agrupou dois tratamentos com teores de Ca de $3,29 \text{ mg g}^{-1}$ e $4,17 \text{ mg g}^{-1}$.

Comparando os teores de Ca da parte aérea do milho (MSPA) com a testemunha adubação recomendada somente a amostra cinco diferiu pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$) e, este valor foi quase a metade, ou seja, a planta absorveu menos Ca que a testemunha adubação convencional, embora os valores de MSPA do milho nos dois tratamentos sejam próximos, o teor de Ca no tratamento com adubação recomendada é quase três vezes maior que no tratamento cinco. Este resultado não difere de Sandrini (2010) que concluiu que os tratamentos com CCA incorporadas ao solo variaram de $5,70$ a $6,31 \text{ mg g}^{-1}$ de Ca na planta, não diferindo do tratamento que recebeu a adubação mineral recomendada, igual a $6,24 \text{ mg g}^{-1}$ de Ca.

Comparando-se os teores de Ca da parte aérea do milho (MSPA) dos tratamentos com as CCAs com a testemunha solo, os tratamentos um e o quatro e, os tratamentos 13 a 18 não diferiram pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$) onde estes teores ficaram entre $6,97$ a $8,14 \text{ mg g}^{-1}$ na planta, e no solo o teor de Ca foi de $9,07 \text{ mg g}^{-1}$.

Os teores de Mg na MSPA do milho apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 7,5% (Tabela 9). As médias foram agrupadas em cinco grupos, nos grupos a e b ficaram dois tratamentos com teores de Mg entre 5,71 a 5,01 mg g^{-1} , o grupo c com 11 tratamentos, com teores de Mg entre 4,86 mg g^{-1} a 4,24 mg g^{-1} , no grupo d ficaram cinco tratamentos, com os teores de Mg entre 3,89 mg g^{-1} a 3,58 mg g^{-1} , e no grupo e somente um tratamento com teor de Mg de 2,99 mg g^{-1} . Esta variabilidade também pode ser observada nos teores de Mg extraídos pelos seis métodos nas 21 amostras de CCA (Apêndice 6).

Comparando os teores de Mg nos tratamentos com as CCAs com a testemunha solo não houve diferença significativa e comparando com a testemunha adubação convencional quatorze dos 21 tratamentos diferiram do teor encontrado de Mg de 5,57 mg g^{-1} , ambos pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$).

Segundo Sandrini (2010), os teores de Mg no tecido vegetal de milho dos tratamentos que receberam a aplicação de CCA variaram de 3,72 a 4,86 mg g^{-1} , semelhantes aos obtidos neste trabalho. Também constatou que a aplicação de doses crescentes de CCA ao solo proporcionou uma diminuição nos teores de Mg nas plantas de milho e verificou o efeito significativo nos teores de Mg da planta na maior dose de 8,68 mg g^{-1} de CCA correspondente a 3,72 mg g^{-1} quando comparado aos teores de Mg no tratamento testemunha, equivalente a 4,89 mg g^{-1} e no tratamento que recebeu a adubação mineral recomendada, igual a 4,84 mg g^{-1} .

Em relação aos teores de N total na MSPA do milho, esses apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 7,5% (Tabela 10). As médias foram agrupadas em três grupos, sendo que no grupo a ficaram sete tratamentos com teores de N entre 42,04 mg g^{-1} a 45,81 mg g^{-1} , no grupo b formado por 11 tratamentos com teores de N total entre 37,33 mg g^{-1} a 40,33 mg g^{-1} e no grupo c os formado por três tratamentos em que os teores de N total ficaram entre 23,93 mg g^{-1} a 28,79 mg g^{-1} .

Comparando os teores de N total da parte aérea do milho (MSPA) com a testemunha adubação convencional somente seis tratamentos não diferiram pelo teste de Dunnet ($p \leq 0,05$) e, nos demais os teores foram superiores e, em relação ao tratamento solo somente em dois tratamentos com as CCAs os valores de N total diferiram significativamente e, esta diferença foi superior. Observando os valores de

MSPA desses dois tratamentos que foram de 2,84 e 2,44 g/vaso, inferiores aos demais indicando que houve concentração dos nutrientes nesses tratamentos.

O teor de N na adubação convencional ficou abaixo do limite mínimo estabelecido para a planta do milho com 30 dias de cultivo, indicando que a dose de sulfato de amônio poderia ser maior, com isso o teor de matéria seca teria um ganho maior e a diferença entre o tratamento convencional e o tratamento cinco seria significativo (Tabela 9).

Os teores de S na MSPA do milho apresentaram variabilidade entre as CCAs pelo teste de Scott Knott ($p \leq 0,05$) com o coeficiente de variação de 8,6% (Tabela 10). As médias foram agrupadas em quatro grupos, no grupo a ficaram nove tratamentos com teores de S entre 7,89 a 9,30 mg g⁻¹, o grupo b com sete tratamentos, com teores de S entre 7,21 mg g⁻¹ a 7,63 mg g⁻¹, no grupo c ficaram quatro tratamentos, com os teores de S entre 6,24 mg g⁻¹ a 6,24 mg g⁻¹, e no grupo d somente um tratamento com teor de S de 2,13 mg g⁻¹. Comparando os tratamentos com as CCAs com o tratamento com adubação convencional somente um tratamento não diferiu, os demais os valores obtidos foram superiores a média. Para suprir a deficiência de Nitrogênio nas CCA todos os tratamentos receberam dose de sulfato de amônio incorporado ao solo, como fonte de Nitrogênio e conseqüentemente aportou ao solo sulfato.

Em relação aos micronutrientes Cu e Zn, de modo geral, os teores ficaram na faixa adequada em todos os tratamentos com as CCAs, somente os tratamentos cinco e 16 e, o tratamento com adubação convencional os valores de Cu ficaram abaixo do limite mínimo e em relação aos teores de Zn somente a amostra 16 apresentou um teor abaixo do limite mínimo.

Comparando os teores de Cu nos tratamentos com as CCAs, os tratamentos cinco e 16 não diferiram do tratamento com adubação convencional e, houve diferença significativa entre os tratamentos cinco e 16 e o tratamento solo.

Em relação aos teores de Fe todos os tratamentos ficaram com os valores acima do limite superior da faixa adequada. Houve diferença significativa entre os teores de Fe dos tratamentos com as CCAs e o tratamento solo e, somente os tratamentos quatro, cinco e seis apresentaram diferença significativa em relação ao tratamento com adubação convencional.

Em relação ao Mn somente os tratamentos um, 18 e 21 os valores ficaram acima do limite superior da faixa adequada e, comparando com o tratamento convencional houve diferença significativa com os tratamentos um, 15, 18 e 21.

O tratamento 16 apresentou o menor teor de Mn e de Zn em relação aos demais de $103,19 \mu\text{g g}^{-1}$ e $11,93 \mu\text{g g}^{-1}$ respectivamente.

Tabela 10 - Teores totais dos macronutrientes nitrogênio e enxofre e dos micronutrientes cobre, ferro, zinco e manganês em função dos tratamentos. UFPel, Pelotas/RS, 2016/17

Cinza	-----mg g ⁻¹ -----		-----µg g ⁻¹ -----			
	N	S	Cu	Fe	Zn	Mn
1	44,40 a ^{ns α}	8,64 a * ^α	7,73 a ^{ns α}	319,74 b * ^β	39,65 a ^{ns α}	322,85 a ^{ns α}
2	40,33 b ^{ns α}	8,07 a * ^α	6,14 b ^{ns α}	326,10 b * ^β	33,29 b ^{ns α}	273,71 a ^{ns β}
3	37,74 b ^{ns β}	7,21 b * ^α	6,37 b ^{ns α}	333,51 b * ^β	31,08 b ^{ns α}	280,59 a ^{ns β}
4	39,33 b ^{ns α}	8,73 a * ^α	7,28 a ^{ns α}	298,57 b * ^α	29,98 b ^{ns β}	266,34 a ^{ns β}
5	32,03 c ^{ns β}	7,35 b * ^α	2,27 d * ^β	307,04 b * ^α	23,80 c * ^β	288,45 a ^{ns β}
6	40,27 b ^{ns α}	6,69 c * ^α	6,37 b ^{ns α}	284,28 b * ^α	29,31 b ^{ns β}	271,25 a ^{ns β}
7	38,33 b ^{ns α}	7,46 b * ^α	5,91 b ^{ns α}	361,04 a * ^β	26,37 c ^{ns β}	248,65 a ^{ns β}
8	42,04 a ^{ns α}	7,89 a * ^α	6,59 b ^{ns α}	339,86 b * ^β	26,56 c ^{ns β}	244,72 a ^{ns β}
9	34,33 c ^{ns β}	7,21 b * ^α	4,55 c ^{ns α}	326,10 b * ^β	27,05 c ^{ns β}	242,26 a ^{ns β}
10	38,04 b ^{ns α}	6,68 c * ^α	6,59 b ^{ns α}	330,33 b * ^β	25,64 c ^{ns β}	261,92 a ^{ns β}
11	38,74 b ^{ns α}	6,24 c * ^α	6,37 b ^{ns α}	339,86 b * ^β	30,78 b ^{ns β}	269,29 a ^{ns β}
12	38,56 b ^{ns α}	6,36 c * ^α	6,37 b ^{ns α}	361,04 a * ^β	27,60 c ^{ns β}	294,35 a ^{ns α}
13	42,63 a ^{ns α}	7,44 b * ^α	7,28 a ^{ns α}	328,21 b * ^β	33,59 b ^{ns α}	261,42 a ^{ns β}
14	44,87 a ^{ns α}	8,47 a * ^α	7,50 a ^{ns α}	351,51 a * ^β	34,94 b ^{ns α}	286,49 a ^{ns β}
15	43,28 a ^{ns α}	9,30 a * ^α	7,96 a ^{ns α}	350,45 a * ^β	36,53 a ^{ns α}	297,30 a ^{ns α}
16	31,56 c ^{ns β}	2,13 d * ^β	4,32 c * ^β	369,51 a * ^β	11,93 d * ^β	103,19 a ^{ns β}
17	45,81 a * ^α	8,55 a * ^α	7,50 a ^{ns α}	370,04 a * ^β	32,43 b ^{ns α}	233,66 a ^{ns β}
18	49,17 a * ^α	8,80 a * ^α	7,73 a ^{ns α}	329,27 b * ^β	42,77 a ^{ns α}	356,76 a * ^α
19	37,33 b ^{ns β}	7,63 b * ^α	4,55 c ^{ns α}	330,33 b * ^β	32,98 b ^{ns α}	256,02 a ^{ns β}
20	37,39 b ^{ns β}	8,26 a * ^α	5,68 b ^{ns α}	370,57 a * ^β	29,80 b ^{ns β}	269,78 a ^{ns β}
21	39,16 b ^{ns α}	7,44 b * ^α	5,68 b ^{ns α}	359,98 a * ^β	34,94 b ^{ns α}	366,34 a * ^α
A.C.	30,26	3,16	2,73	370,57	21,17	130,71
Solo	38,04	5,01	6,12	452,62	33,98	177,40
C.V (%)	7,5	8,6	11,2	6,9	12,7	23,8
Faixa adequada ^{2/}	35 - 50	1,5 - 5,0	5 - 20	50 - 250	20 - 60	20 - 300

^{1/} Médias acompanhadas por mesma letra minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste de Scott-Knott ($p \leq 0,05$) comparando as cinzas. * e ^{ns} Significativo e não significativo, respectivamente, em relação à testemunha solo e ^α e ^β, Significativo e não significativo, respectivamente, em relação à testemunha adubação convencional ambos pelo teste de Dunnett ($p \leq 0,05$). C.V.: coeficiente de variação. ⁽¹⁾ Kondorff et al., 2016; ⁽²⁾ Tedesco et al., 1995. ^{2/} Segundo Reuter & Robinson (1997)

4.2.3. Relação entre a solubilidade dos nutrientes da CCA em vários extratores químicos e a sua absorção pelo milho

Para que a planta seja nutrida de forma que alcance seu máximo potencial produtivo, a fonte do nutriente incorporada ao solo tem que fornecer o nutriente para a solução do solo e em forma absorvível pela planta atendendo sua demanda (Sousa et al., 2010).

As amostras cinco e dezesseis, como nas correlações entre os métodos, não foram incluídas por apresentarem teores muito fora da faixa das demais amostras.

4.2.3.1. Silício

As correlações entre os teores de Si nas CCAs extraídos em cada método e a quantidade de Si acumulada na parte aérea do milho apresentaram coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,11 a 0,64 com $p \geq 0,05$ (Figura 7).

Vários extratores químicos já foram testados para determinar o Si solúvel em materiais silicatados e, na maioria das vezes, os resultados não apresentam boa correlação com a capacidade das plantas em absorver e aproveitar o Si proveniente destes materiais Buck (2010). Este mesmo autor usando como fonte de Si escória de siderúrgica e testando os extratores: carbonato de sódio 10 g L^{-1} , nitrato de amônio 16 g L^{-1} , ácido cítrico 0,5% e ácido clorídrico $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$, na proporção 1:1000, encontrou correlações do tipo muito fortes para os extratores carbonato de sódio e nitrato de amônio, com o coeficiente de correlação de 0,96, respectivamente.

De acordo com Kata e Owa (1996a) sempre que trabalharam com extratores com pH ácido, os teores obtidos eram sempre superestimados, diferente de quando usaram extratores com o pH 6 e 7. Estes resultados diferem dos encontrados neste trabalho onde os teores de Si determinados com os extratores ácidos: ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ e Mehlich-1 foram menores que os teores de Si determinados com acetato de amônio $0,5 \text{ M pH}_7$, água, cloreto de potássio 1 Mol L^{-1} e Mehlich-3 (Apêndice 2).

Kata e Owa (1997) estudaram intensivamente a análise de Si disponível em escórias para o arroz e propuseram a extração com água, na proporção 1:2000. Segundo os autores o Si extraído por este método apresenta maior correlação com o Si absorvido pela planta do arroz.

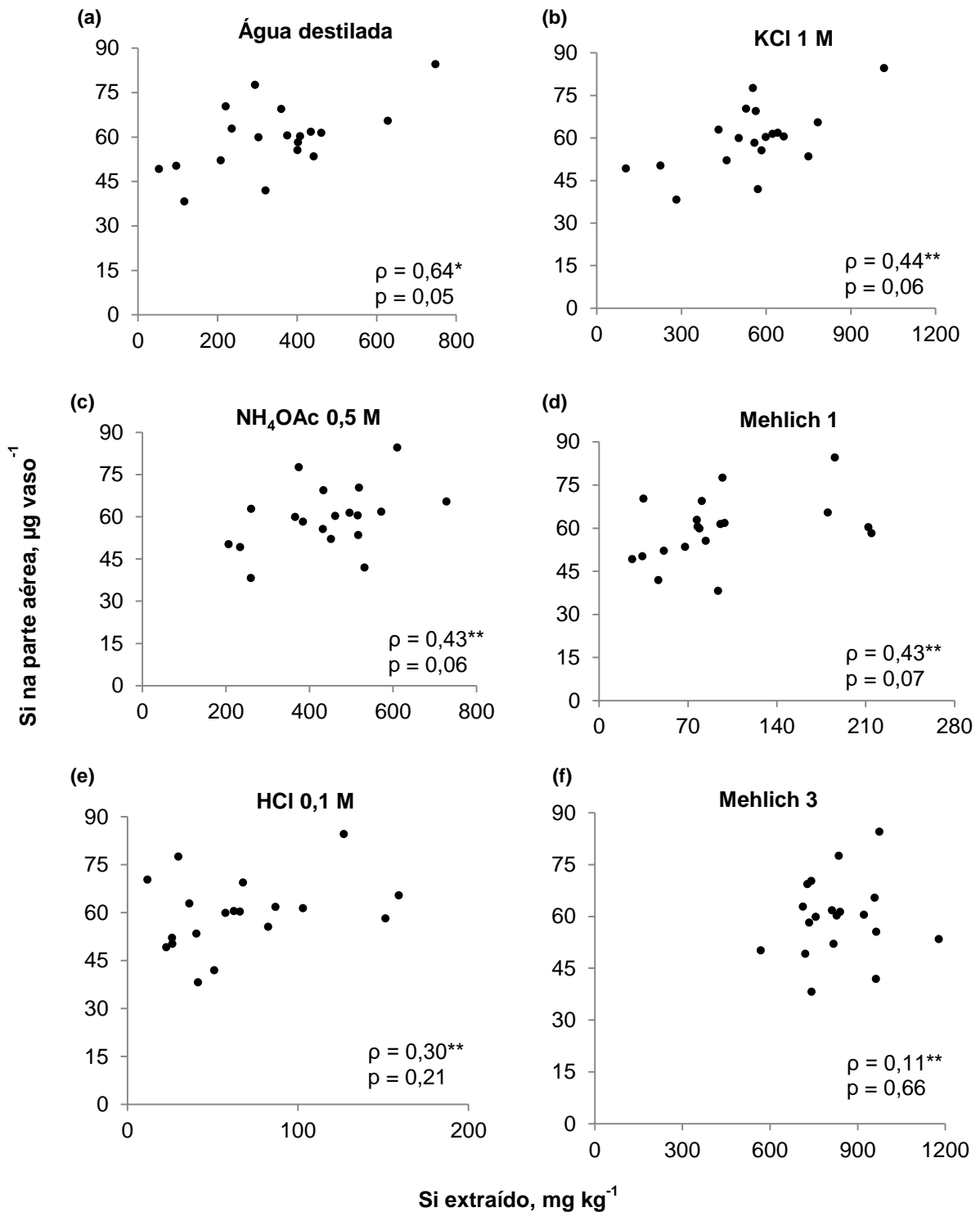


Figura 7 – Relação entre a quantidade de Si acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si nas 19 amostras de CCA extraído em cada método: (a) M 1- água; (b) M 2 – Cloreto de potássio 1 Mol L⁻¹; (c) M 3 – Acetato de amônio 0,5 Mol L⁻¹; (d) M 4 - Mehlich 1; (e) M 5 – Ácido clorídrico 0,1Mol L⁻¹ e (f) M 6 - Mehlich 3. *significativo e ** não sigficativo a 5%.

Alguns autores trabalharam com a hipótese de que quanto mais fino for o fertilizante silicatado maior pode ser a sua solubilidade e/ou reatividade quando incorporado ao solo (Savant et al., 1999). No caso das CCAs foram incorporadas ao solo com granulometria grosseira, podendo ter diminuído o grau de solubilidade e assim a disponibilidade de nutrientes para a planta do milho.

Entre os seis métodos testados a extração com água apresentou um coeficiente de correlação de 0,64 e valor de $p = 0,05$ (Figura 7a). Este resultado corrobora com os autores, citados anteriormente, concluíram que a água pode ser um possível extrator para prever a quantidade disponibilizada de Si por uma fonte de Si incorporada ao solo.

4.2.3.2. Fósforo

As correlações entre os teores de P nas CCAs extraídos com água e as soluções de cloreto de potássio $1,0 \text{ Mol L}^{-1}$, acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$ e ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ foram significativas $p \leq 0,05$ e apresentaram coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,56, 0,49, 0,58 e 0,73, indicando correlações do tipo moderadas e forte (Figura 8).

Por outro lado, não foi significativa $p > 0,05$ as correlações entre a quantidade de P acumulada na parte aérea do milho e os teores de P extraídos pelas soluções de Mehlich-1 e 3, onde os coeficientes de correlação de Spearman foram de 0,33 e 0,43, respectivamente.

A solução de ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ pode ser um possível método para prever a quantidade de P absorvida pela parte aérea da planta relacionando com o que o método é capaz de extrair.

4.2.3.3. Potássio

Houve correlação significativa (p de $<0,001$ e $0,003$) entre os teores de K nas CCAs extraídos pela água e pelas soluções: acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$, ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ e Mehlich 3 apresentando coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,89, 0,63, 0,87 e 0,86, indicando correlações fortes (Figura 9).

Não houve correlação significativa ($p = 0,13$) entre os teores de K extraídos pela solução de Mehlich 1 com a quantidade de K acumulada na parte aérea do milho (Figura 9d).

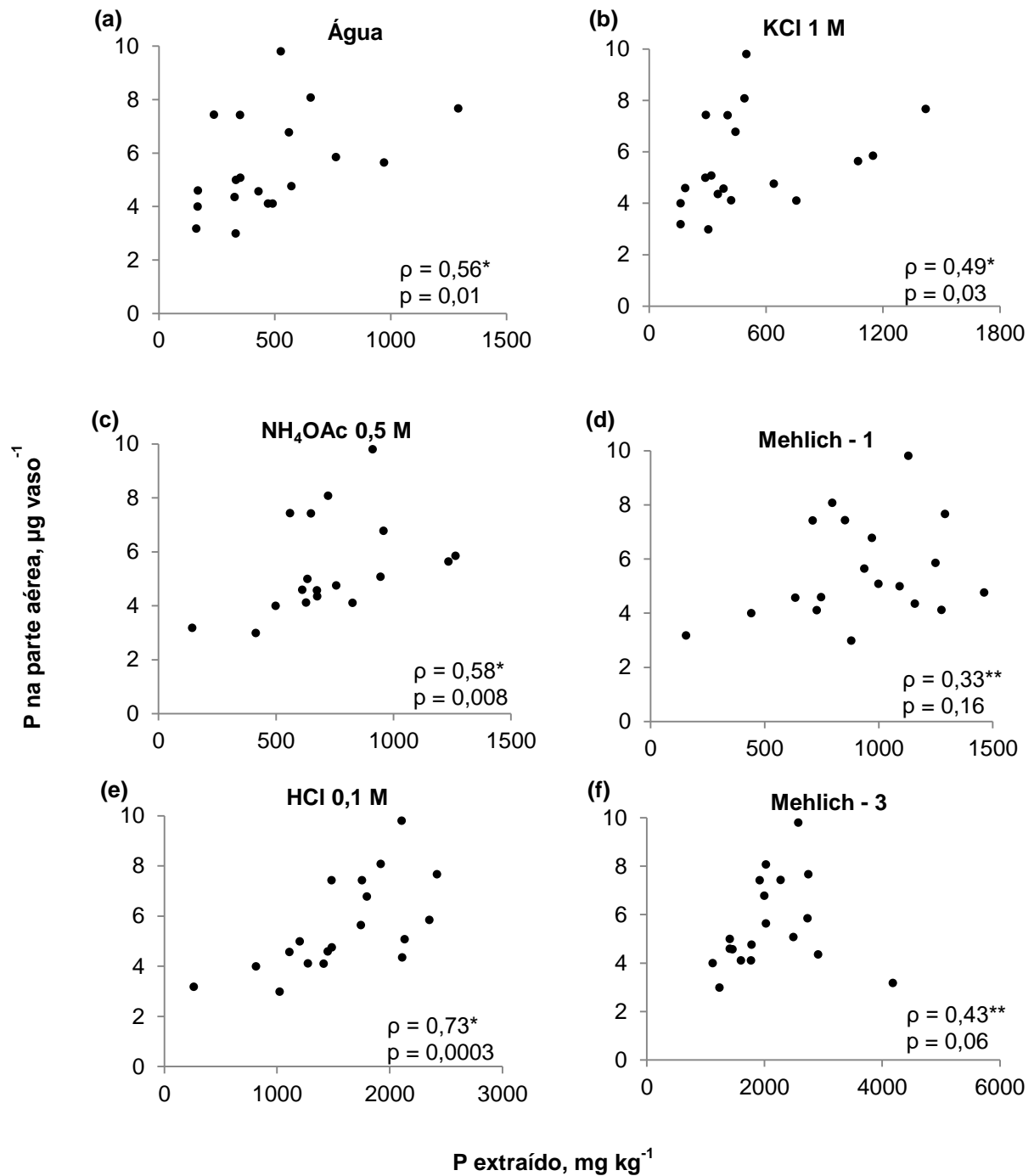


Figura 8 – Relação entre a quantidade de P acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si nas 19 amostras de CCA extraído em cada método: (a) M 1- água; (b) M 2 – Cloreto de potássio 1 Mol L⁻¹; (c) M 3 – Acetato de amônio 0,5 Mol L⁻¹; (d) M 4 - Mehlich 1; (e) M 5 – Ácido clorídrico 0,1Mol L⁻¹ e (f) M 6 - Mehlich 3. *significativo e ** não significativo a 5%.

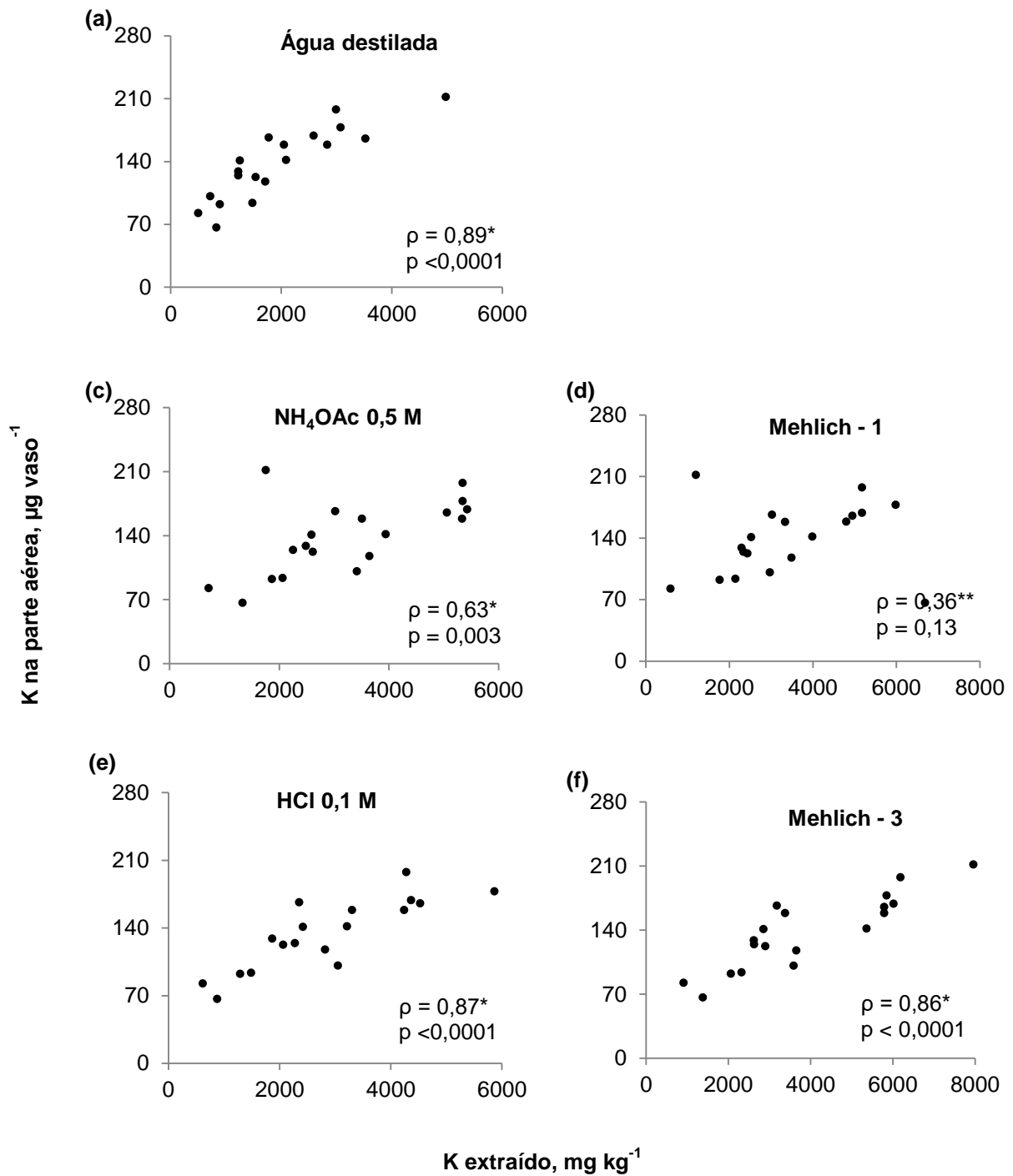


Figura 9 – Relação entre a quantidade de K acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si nas 19 amostras de CCA extraído em cada método: (a) M 1- água; (b) M 2 – Cloreto de potássio 1 Mol L^{-1} ; (c) M 3 – Acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$; (d) M 4 - Mehlich 1; (e) M 5 – Ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ e (f) M 6 - Mehlich 3. *significativo e ** não sigficativo a 5%.

Os métodos um, três, cinco e seis constituídos de água, acetato de amônio $0,5 \text{ Mol L}^{-1}$, solução de ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ e solução de Mehlich 3 são possíveis métodos para predizer a quantidade de K absorvida pela parte aérea da planta relacionando com o que os métodos são capazes de extrair.

4.2.3.4. Cálcio

As correlações entre os teores de Ca nas CCAs extraídos em cada método e a quantidade de Ca acumulada na parte aérea do milho apresentaram coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de -0,03 a 0,76 indicando correlações inexistentes a moderadas (Figura 10).

As figuras 10a, 10b e 10c apresentam correlações não significativas com valores de p de 0,82, 0,90 e 0,13 e os coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,05, -0,03 e 0,36 respectivamente.

Houve correlação significativa ($p = 0,0001, 0,004$ e $0,005$) entre os teores de Ca obtidos pelas soluções: Mehlich 1, ácido clorídrico $0,1 \text{ Mol L}^{-1}$ e Mehlich 3 com a quantidade de Ca acumulada na parte aérea do milho, apresentando coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,76, 0,73 e 0,61, indicando correlações do tipo fortes. Esses métodos são possíveis métodos predizer a quantidade de Ca absorvida pela parte aérea da planta relacionando com o que os métodos são capazes de extrair.

4.2.3.5. Magnésio

As correlações entre os teores de Mg extraídos em cada método e a quantidade de Mg acumulada na parte aérea do milho apresentaram coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de -0,03 a 0,76 indicando correlações inexistentes a moderadas (Figura 11).

As figuras 12c, 12d, 12e e 12f apresentaram correlações significativas ($p = 0,002, 0,004, \text{ e } 0,0007$) entre os teores de Mg extraídos em cada método e a quantidade de Mg acumulada na parte aérea do milho apresentando coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,66, 0,67, 0,63, e 0,71.

Não houve correlação significativa ($p = 0,04$ e $0,35$) com os coeficientes de correlação de Spearman (ρ) de 0,47 e 0,23, entre os teores de Mg extraídos com água e solução de cloreto de potássio 1 Mol L^{-1} com a quantidade de Mg acumulada na parte aérea do milho. Esses métodos são possíveis métodos

predizer a quantidade de Ca absorvida pela parte aérea da planta relacionando com o que os métodos são capazes de extrair.

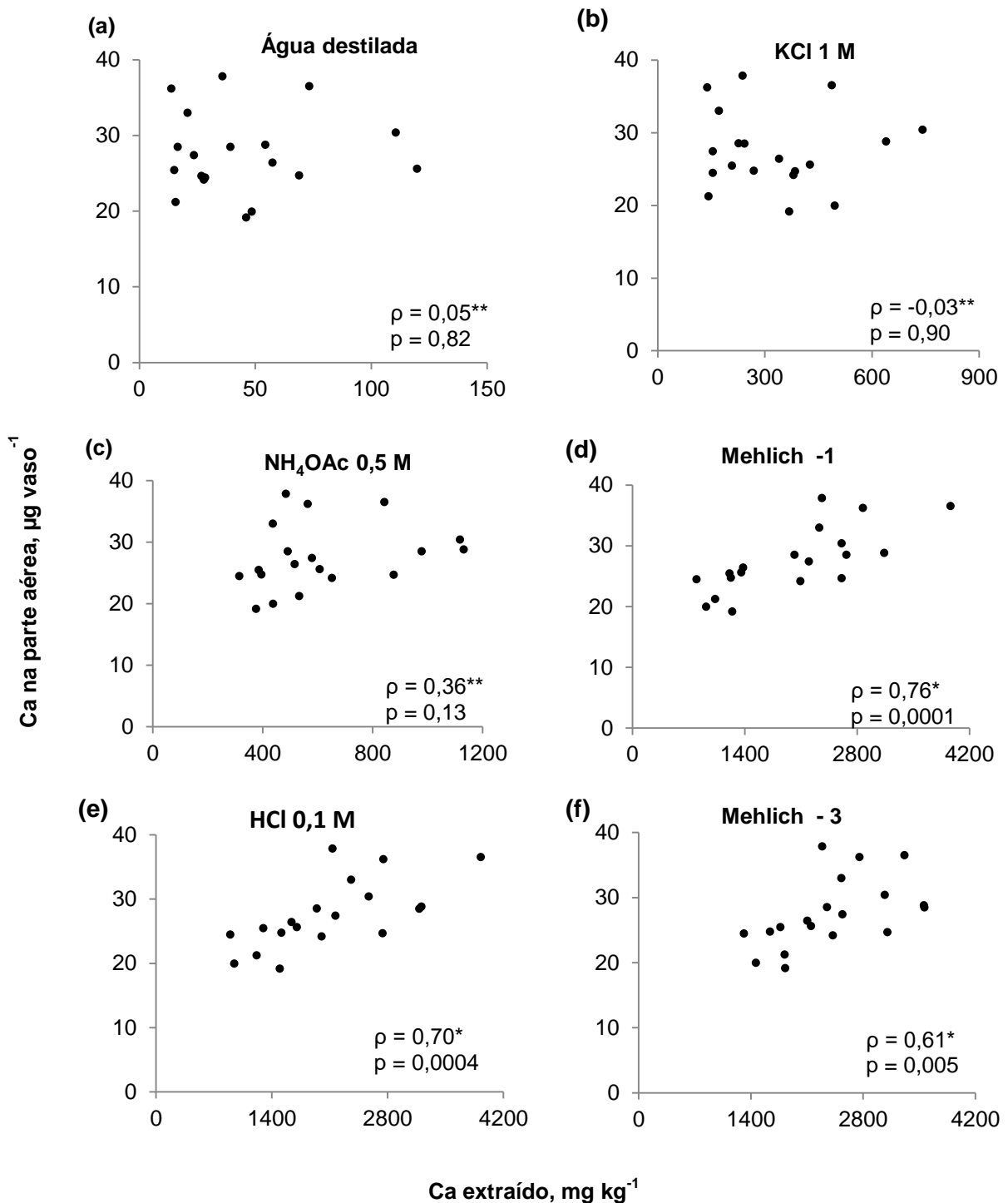


Figura 10 - Relação entre a quantidade de Ca acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si nas 19 amostras de CCA extraído em cada método: (a) M 1- água; (b) M 2 – Cloreto de potássio 1 Mol L⁻¹; (c) M 3 – Acetato de amônio 0,5 Mol L⁻¹; (d) M 4 - Mehlich 1; (e) M 5 – Ácido clorídrico 0,1Mol L⁻¹ e (f) M 6 - Mehlich 3. *significativo e ** não sigficativo a 5%.

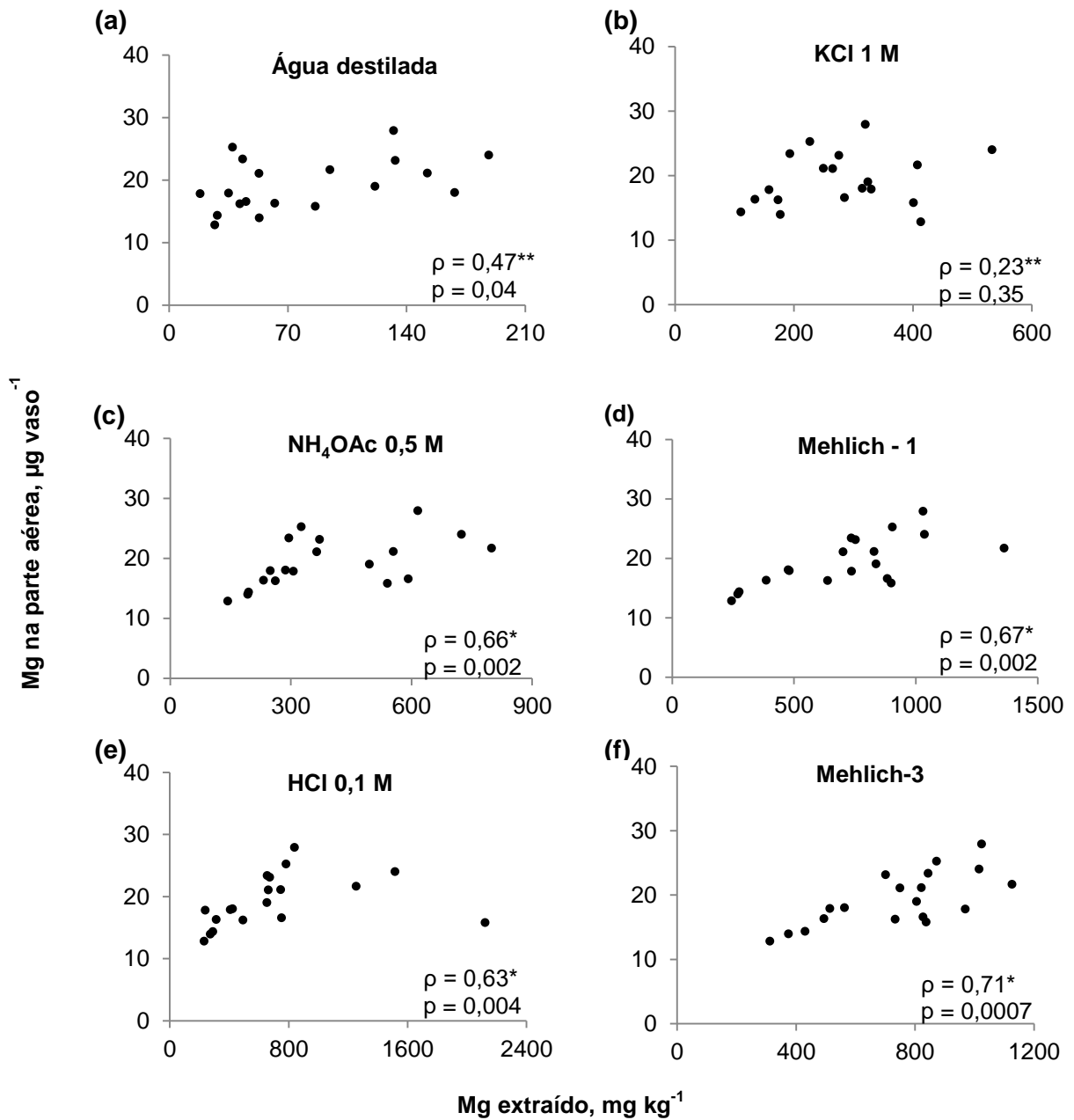


Figura 11- Relação entre a quantidade de Mg acumulada na parte aérea do milho e o teor de Si nas 19 amostras de CCA extraído em cada método: (a) M 1- água; (b) M 2 – Cloreto de potássio 1 Mol L⁻¹; (c) M 3 – Acetato de amônio 0,5 Mol L⁻¹; (d) M 4 - Mehlich 1; (e) M 5 – Ácido clorídrico 0,1Mol L⁻¹ e (f) M 6 - Mehlich 3. *significativo e ** não sigficativo a 5%.

A grande variabilidade encontrada entre os teores de Si, P, K, Ca e Mg nas CCAs não deixa dúvidas a respeito da necessidade da determinação desses nutrientes antes da incorporação das mesmas ao solo. Isso fica evidenciado nas amostras cinco e 16, que apresentaram teores muito discrepantes desses nutrientes na CCA.

Em relação aos teores totais determinados por fluorescência de Raio X com energia dispersiva, apenas os teores de Si obtidos por este método podem ser confiáveis. Os altos teores deste elemento nas CCAs torna eventuais erros proporcionalmente pequenos e estão dentro da faixa observada por vários autores e mostrada na Tabela 1. Entretanto, os outros elementos de interesse mais imediato neste trabalho ou não foram detectados (Mg) ou os teores obtidos (P, K e Ca) foram muito acima das faixas e médias citadas por vários autores e reunidas na Tabela 1. Principalmente, a não detecção de Mg em nenhuma das amostras coloca em dúvida todas as outras determinações por este método. Em função disso, os teores totais destes elementos por FRX foram desconsiderados e a análise das frações do total extraíveis pelos outros métodos fica inviabilizada porque não se tem os totais.

A digestão da CCA meio ácido não foi completa em nenhuma das amostras, apresentando resíduo precipitado após as três digestões. Em testes futuros o método com digestão com presença de ácido fluorídrico e o uso de forno de microondas para a abertura da amostra parece mais promissor. Em alguns casos algumas amostras de CCA apresentaram uma coloração mais clara que evidencia uma melhor digestão.

Embora tenham ocorrido correlações significativas entre a absorção de P, K, Ca e Mg e os teores extraíveis destes nutrientes da CCA por mais de um método, a adoção de um método para todos os nutrientes é mais adequada na rotina do laboratório porque o procedimento analítico torna-se mais rápido e apresenta menor custo. Neste caso, embora para cada nutriente em particular um ou outro método possa ter sido melhor, o método que teve desempenho aceitável para aqueles quatro elementos ao mesmo tempo foi a solução de ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. No caso do Si, entretanto, apenas a extração com água mostrou-se razoável.

5. CONCLUSÕES

A grande variabilidade nos teores de Si, P, K, Ca e Mg entre as CCAs, evidencia a necessidade da quantificação destes nutrientes na CCA para cálculo de dosagens a serem aplicadas ao solo;

O extrator mais adequado para análise da solubilidade de P, K, Ca e Mg é o HCl 0,1 mol l⁻¹ e para o Si é a água destilada;

Os critérios de interpretação destas análises precisam ser melhor definidos.

6.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, C. A. et al. Uso de extrações aquosas na extração de micronutrientes em casca de pinus compostada e adubada. In: Encontro Nacional sobre Substratos para Plantas, 3., Campinas, 2002. **Anais...** Campinas: IAC, 2002. p.89.

ABREU, C. A. et al. **Quest of water extract analysis of micronutrients in soilless organic substrates.** Communications in Soil Science and PlantAnalysis, Philadelphia, v. 37, p.2327-2338, 2006.

ABREU, M. F. et al. **Extratores aquosos para a caracterização química de substratos para plantas.** Horticultura Brasileira, Vitória da Conquista, v. 25,n. 2, p. 184-187, 2007.

ABREU, M. F.; ABREU, C. A.; BATAGLIA, O. C. **Uso da análise química na avaliação da qualidade de substratos e componentes.** In: Encontro Nacional sobre Substratos para Plantas, 3., Campinas, **Anais...** Campinas: IAC, 2002. p. 17-28. 2002.

ALT, D.; PETERS, I. **Analysis of macro- and trace elements in horticultural substrates by means of the CaCl_2 /DTPA method.** Acta Horticulturae, Wageningen, v. 342. 1993. p. 287-292.

ANGEL, J.D.M.; Vásquez, T.G.P.; Junkes, J. A.; Hotza, D. **Caracteriação de cinza obtida por combustão de casca de arroz em reator de leito fluidizado.** Quimica Nova, Vol. 32, No. 5, 1110-1114, 2009.

ANTAL, M.J.; MOCHIDZUKI, K.; PAREDES, L.S. **Flash Carbonization of Biomass.** Hawaii Natural Energy Institute, School of Ocean and Earth Science and Technology, University of Hawaii at Manoa, Honolulu, Hawaii Copyright © 2003 American Chemical Society. July 11, 2003.

BAUMGARTEN, A. Methods of chemical and physical evaluation of substrates for plants.In: ENCONTRO NACIONAL SOBRE SUBSTRATOSPARA PLANTAS, Campinas, 2002. **Anais...** Campinas: IAC. , 2002. p. 7-15.

BORTOLON, I; **Métodos de Avaliação da Disponibilidade de nutrientes para as Plantas em Solos do Rio Grande do Sul.** Porto Alegre. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 111p. 2005 (Dissertação de mestrado).

BRASIL. **Instrução Normativa nº 17**, de 21 de maio de 2007. Aprova os métodos analíticos oficiais para análise de substratos e condicionadores de solos. Disponível em:<http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do>
Acesso em: 25 jan 2015.

BRASIL. **Instrução Normativa nº 28**, de 25 de setembro de 2009. Estabelece os métodos analíticos oficiais para determinação dos agentes patogênicos a plantas em substratos. Disponível em:

<http://tp://extranet.agricultura.gov.br-consulta/consultarLegislacao.do>

Acesso em: 25 jan 2015.

BUCK, G. B.; **Método para determinação de silício solúvel em fertilizantes. Uberlândia**. 2010 67p. Tese (Fertilizadade do solos). Unviersidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2010.

CALLEGARI: J.; M. **Bioestatística: princípios e aplicações**. Porto Alegre: Arte med, 2003. 255p.

CANTARUTTI, R. B.; NOVAIS, R.F.; alvarex, v.h.; BARROS, N.F.; FONTES, R.L.; NEVES, J.C.L. **Avaliação da fertilidade do solo e recomendação de fertilizantes**. In: Fertilidade do solo. Viçosa: SBCS, 2007. p. 769-850.

COMISSÃO DE FERTILIDADE DO SOLO. NRS-SBCS – Manual de Calgem e adubação para os Estados do RS/SC, 2016. 376p.

DAFICO, D.A. **Estudo da dosagem do concreto de alto desempenho utilizando pozolanas provenientes da cinza de casca de arroz**. 2001, 191 p. Tese (concretos). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

DONEGA, M. A.; VOLK, L. B.; NOLLA, A.; GAVIOLLI, T. O. **Avaliação do uso de casca de arroz carbonizada no desenvolvimento do sistema radicular do milho (Zea mays)** In: XXXI Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Gramado – RS, 2007.

EL-SAID, A. G. **Biosorption of Pb (II) ions from aqueous solutions on to rice husk and its ash**. Journal of American Science, v. 6, p. 10-17, 2010.

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

FERMINO, M. H.; KAMPF. A. N.; **Densidade de substratos dependendo dos métodos de análise e níveis de umidade**. Horticultura Brasileira v. 30 n. 1: 75-79p, jan/ mar. 2012.

FEROZE, N. et al. **Kinetic and equilibrium studies for Zn (II) and Cu (II) metal ions removal using biomass (rice husk) ash**. J. Chem. Soc. Pak., vol.33, n.2, p.139, 2011.

GAVIOLLI, T. O.; VOLK, L. B.; NOLLA, A.; DONEGA, M. A. **Correção da acidez do solo, fertilização e crescimento do milho submetido à aplicação de casca de arroz carbonizada**. In: XXXI Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Gramado-RS, 2007.

GIL, A. C. **Como elaborar projetos de Pesquisa**. 5. ed. São Paulo: Atlas, 2010. 184 p.

GONÇALVES, M.R.F. & BERGMANN, C.P. **Thermal insulators made with rice husk ashes; production and correlation between properties and microstructure**. Construction and Building Materials, 21:2059-2065, 2007.

HOFFMANN, R.; JAHN, S. L.; BAVARESCO, M.; SARTORI, T. C. **Aproveitamento da cinza produzida na combustão da casca de arroz: estado da arte**. Universidade Federal de Santa Maria – Centro de Tecnologia. Santa Maria, RS, 2007.

HOFFMANN, R. B. **Potencial de Uso de Biossólido para Fins de Recuperação de Áreas degradadas**. 2012. 93f. Tese (Doutor em Ciências) Universidade Federal de Viçosa – Viçosa, RS.

HOUSTON, D. F.; Rice: **Chemistry and Technology**. American Association of Cereal Chemists: St. Paul, MN, 1972.

ISLABÃO, G.O; **Uso de Cinza de Casca de Arroz como Corretivo e Condicionador do Solo**. 2013. 84p. (Tese em Solos) - Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2013.

ISLABÃO, G.O; Vahl, L.C.; Timm, L.C.; Paul, D.L.; Kath, A.H. **Cinza de casca de arroz como corretivo de acidez do solo**. Revista Brasileira de Ciência do solo. vol.38, n.3, pp.934-941. 2014.

KATO, N.; OWA, N. **Dissolution of slag fertilizers in a paddy soil and Si uptake by rice plant**. Soil Science Plant Nutrition, v.43, p.329-341, 1997.

KATO, N.; OWA, N. **Dissolution Mechanism of silicate slog fertilizers in paddy soils**. XIV International Congresso f Soil Sciences. V.4, p. 609-610, 1996a.

KATH A.H.; **Efeito residual da Cinza da Casca de Arroz na Acidez e na Disponibilidade de Fósforo, Silício e Potássio**. Pelotas, RS. Dissertação (Manejo e conservação do Solo e da água). Universidade Federal de Pelotas, 2013. 92p.

KORNDORFER, G. H.; COELHO, N. M.; SNYDER, G. H. & MIZUTANI C. T. **Avaliação de métodos de extração de silício em solos cultivados com arroz de sequeiro**. Revista Brasileira de Ciência do Solo, 23:101-106, 1999.

MALAVOLTA, E. **Corretivos cálcicos, magnesianos e calco-magnesianos**. Manual de Química Agrícola: adubos e adubação. São Paulo: Agronômica Ceres, 1981. 596 p.

MARCONI M.A.; LAKATOS E.M. **Técnicas de pesquisa: planejamento e execução de pesquisas, amostragem e técnicas de pesquisa, elaboração, análise e interpretação de dados**. 3. Ed. São Paulo Atlas, 1996.

MENDHAM, J. et al. **Análise química quantitativa**. 6. Ed. Rio de Janeiro, LTC, 62p. 2002.

MEHTA, P.K. & PITT, N. **A new process of rice utilization**. In: **International conference on the utilization of rice by-products**. Valencia, Spain, 1974. Proceedings. Valencia: IATA, published in 1977, p. 45-58.

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Decreto nº 4954 de 14 de janeiro de 2004** — Altera o Anexo ao Decreto 4.954, de 14 de janeiro de 2004, que aprova o Regulamento da Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, que dispõe sobre a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de Fertilizantes, corretivos, inoculantes, ou biofertilizantes, remineralizadores e substratos para plantas destinados à agricultura. Diário Oficial da União, DF, 2004.

NELSON W.L.; MEHLICH A.; **The Development Evaluation, and use of Soil Tests for phosphorus Availability**. Agronomy, V.4, p. 153-188, 1953.

NOLLA, A.; VOLK, L. B. S.; MUNIZ, A. S.; SILVA, T. R. B. **Correção da acidez do solo em profundidade através do uso de carbonatos, silicatos e casca de arroz em lisímeros**. Revista cultivando o saber, 3(2):1-8, 2010.

PAGE, A.L.; MILLER, R.H; KEENEY, D.R.. **Methods of Soil Analysis: Part 2, Chemical and Microbiological Properties**. Agronomy Series No 9, American Society of Agronomy, Madison, WI. 1982.

PALMA, I. P.; NOLLA, A.; VOLK, L. B.; GAVIOLLI, T. O.; SANDER, G. **Crescimento de plantas de milho em um latossolo arenoso adubado com cinza de casca de arroz e duas fontes de nitrogênio**. Anais Disponível em: <http://www.fundaçãoaraucaria.org.br/projetos/projetos09-2008/13391>. Acesso em 2015.

PAULETTO, E. A.; NACHTIGALL, G. R.; GUADAGNIN, C. A. **Adição de cinza de casca de arroz em dois solos do município de Pelotas, RS**. Revista Brasileira de Ciência do Solo, 14:255-258, 1990.

PINTO, M.A.B.; VAHL, L. C.; ISLABÃO, G.O.; TIMM, L.C. **Casca de arroz queimada como corretivo de acidez do solo**. In: Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, v.32, 2009, Fortaleza. Anais do... Fortaleza: SBCS, 2009. CD-ROM

POUEY, M.T.& MADALUZ, L.M. **Seleção de cinzas de casca de arroz residuais, de acordo com as características mineralógicas, com vistas ao estudo de sua compatibilidade com super plastificantes em pastas de cimento**. In: CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA: PESQUISA E RESPONSABILIDADE AMBIENTAL, 16., Pelotas, 2007. Anais. Pelotas, UFPEL/Universidade Federal de Pelotas/RS, 2007.

REUTER, D.J.; ROBINSON, J.B. **Plant Analysis: An interpretation manual**. 2ed. Csiro publishing, Collingwood, Austrália, 1997. 572p. Melbourne, Inkata, 1998. 218p.

ROSADO, J. P.; **Cinza de casca de arroz e lodo de estação de tratamento de esgoto como fertilizantes**. Dissertação (Manejo e Conservação do solo e da Água). Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2016.

SANDER, G.; VOLK, L.B.S.; NOLLA, A.; GAVIOLLI, T.O.; PALMA, I.P. **Avaliação do sistema radicular de milho adubado com cinza de casca de arroz e duas fontes de nitrogênio cultivado em latossolo arenoso**. In: Mostra de trabalhos científicos de agronomia: semeando o conhecimento, 4., Umuarama, 2008. Anais. Umuarama, UEM/CCA/Campus Regional de Umuarama/PR, 2008a.p.73 -76.

SANDRINI, W. C. **Alterações químicas e microbiológicas do solo decorrentes da adição de cinza de casca de arroz..70p**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2010.

SANTIN, M. J. & VAHL, L. C. **Aproveitamento da cinza da casca de arroz como corretivo da acidez e da fertilidade do solo**. Relatório CNPQ – Processo 11.3006/83. AG,1985. 20 p.

SANTOS, D.A.; PILON, L.C.; PASSOS, R.R.; ANDRADE, F.V. **Teores de cálcio e magnésio em caule e folha de milho cultivado em vaso com aplicação de escória de siderurgia no solo sob diferentes lâminas de água**. In: XIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e IX Encontro Latino Americano de Pós-Graduação. Anais. Universidade do Vale do Paraíba. p.6. 2009.

SAVANT, N.K.; KORNDÖRFER, G.H.; SNYDER, G.H.; DATNOFF, L.E. **Silicon Nutrition and Sugarcane Production: A review**. Journal of Plant Nutrition, 12:1853-1903-1999.

SENTENAC, H. & GRIGNON, C. **Effect of pH on orthophosphat euptake by corn roots**. Plant Physiol. 77: 1985 p.136–41.

SEVERO, C.R.S. **Caracterização dos solos do Centro Agropecuário da Palma**. Pelotas, 1999. 97p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas.

SILVA, F. F.; BERTONHA, A.; FREITAS, P. S. L.; MUNIZ, A. S.; FERREIRA, R. C. **Aplicação de cinza da casca de arroz e de água residuária de fecularia de mandioca na cultura de aveia**. Revista em Agronegócios e Meio Ambiente, 1(1):25-36, 2008.

SPARKS, D.L.; **Exchageable Potassium-Ammonium Acetate Method**In:_____. **Methods of Soil Analysis**. 677 South Segoe Road, Madison, WI 53711-USA. Part 3 - Chemical Methods. 559-560 p. 2004.

SONNEVELD, C.; ENDE, J. VAN DEN; DIJK, P.A. VAN. **Analysis of growing media by means of a 1:1,5 volume extract**. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philladelphia, v.53, 1974. p. 183-202.

SPIER, M. **Ajuste de metodologias para análise física de substratos e teste do resíduo de cana-de-açúcar para o cultivo de plantas**. 2008. 102f. Dissertação

(Mestrado em Fitotecnia) – Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BIASSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S. J. **Análises de Solo, plantas e outros materiais**. Porto Alegre: Departamento de Solos, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174 p.

TUCHTENHAGEN, I.K.; LIMA, C.L.R.; PAULETTO, E.A.; VAHL, L.C.; STUMPF, L. **Cinza de Casca de Arroz como Alternativa para Melhorar a Qualidade Estrutural de um Argissolo**. Interciência, vol. 42 n. 3. Março de 2017. 163-167p.

VITTI, G. C.; **Programa Interlaboratorial de Análise de Tecido Vegetal**. www.piatv.com.br/ acessado em 2015.

ZIADI, N.; TRAN, T.S. **Mehlich 3 Extractable Elements**. In Soil sampling and methods of analysis, eds M.R. Carter, and E.G. Gregorich, 81-88. Boca Raton, FL: CRC Press.

APÊNDICES

Apêndice 1 – Descrição dos locais de coletas das 21 amostras de CCA nas usinas de beneficiamento de arroz nos municípios do Estado no Estado do RS.

CCA	Beneficiadoras de Arroz	Município do Estado do RS
1	Irgovel	Pelotas
2	SLC	Capão do Leão
3	Pelotas	Pelotas
4	JOSAPAR	Pelotas
5	Nelson Wendt	Pelotas
6	Cooperativa Agro industrial	Alegrete
7	Santa Lúcia	Camaquã
8	Bom Jesus	Camaquã
9	Camil	Camaquã
10	Cooperativa Extremo Sul	Pelotas
11	Cooperativa Extremo Sul	Camaquã
12	ICR Cereiais Ltda	São Borja
13	MIGRA alimentos	Osório
14	Camil	Rio Grande
15	COOPERJA	Santo Antônio da Patrulha
16	Arrozeira Curral de Arroios	Santa Vitória do Palmar
17	CAMNPAL	Dona Francisca
18	Engenho Alfredo Treichel	Cachoeira do Sul
19	Camil	Itaqui
20	Secador do produtor	Itaqui
21	Camil (em pó)	Itaqui

Apêndice 2- Valores de pH, poder de neutralização, condutividade elétrica e densidade e, teores de carbono e nitrogênio nas 21 amostras de CCA

CCA ⁽¹⁾	pH	P.N.	C.E.	densidade	C	N
		%	mS cm ⁻¹	g cm ⁻³	g kg ⁻¹	
1	7.52	0.40	0.24	0.42	19.67	1.61
2	9.50	0.85	0.50	0.28	27.04	0.71
3	9.86	0.83	0.30	0.16	7.38	0.71
4	10.40	0.71	0.31	0.19	4.92	0.54
5	4.31	0.00	2.07	0.34	38.52	1.25
6	9.77	0.84	0.40	0.26	18.03	1.07
7	9.05	0.66	0.36	0.17	27.04	0.54
8	10.23	0.92	0.27	0.14	4.10	0.36
9	9.46	0.99	0.71	0.17	63.92	1.79
10	9.94	1.06	0.53	0.17	21.31	0.54
11	8.13	0.59	0.36	0.23	35.24	0.36
12	9.33	0.98	0.64	0.22	42.61	1.07
13	9.69	0.94	0.35	0.20	35.24	0.89
14	10.16	0.71	0.21	0.16	13.93	0.36
15	8.27	0.66	0.64	0.31	50.81	2.32
16	10.93	31.46	1.50	0.47	1.64	0.36
17	7.79	0.69	0.21	0.22	146.69	5.90
18	7.32	0.93	0.23	0.28	33.60	1.25
19	7.47	0.72	1.00	0.28	22.95	2.14
20	9.17	0.97	0.65	0.22	13.11	1.07
21	9.66	0.54	0.69	0.68	24.59	0.89
Desvio Padrão	1.50	6.52	0.46	0.13	31.00	1.21
CV (%) ⁽²⁾	17	297	122	207	100	99

⁽¹⁾ média de duas repetições; ⁽²⁾ coeficiente de variação.

Apêndice 3 – Laudo técnico do Departamento de Engenharia de materiais dos teores totais determinados por Fluorescência de Raio X com energia Dispersiva (EDXRF-720)

Operator : Thiago e Maurício
 Comment : Quick & easy Air-Metal
 Group : easy
 Date : 2014-08-22 00:13:54

Sample: CCA 1

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	87.229 %	(0.253)	Quan-FP	SiKa	1.3509
K	5.989 %	(0.025)	Quan-FP	K Ka	0.6564
Ca	3.901 %	(0.017)	Quan-FP	CaKa	0.6379
Mn	1.174 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	3.1470
Fe	0.752 %	(0.006)	Quan-FP	FeKa	2.7867
P	0.441 %	(0.065)	Quan-FP	P Ka	0.0058
W	0.328 %	(0.005)	Quan-FP	W La	1.2649
Zn	0.087 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.7391
Cu	0.062 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.4435
Rb	0.029 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.5674
Au	0.007 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.0460

Sample: CCA 2

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	84.043 %	(0.282)	Quan-FP	SiKa	1.1655
K	7.328 %	(0.029)	Quan-FP	K Ka	0.7444
Ca	3.452 %	(0.018)	Quan-FP	CaKa	0.5135
Fe	1.781 %	(0.009)	Quan-FP	FeKa	5.9608
Mn	1.257 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	3.0672
P	0.986 %	(0.051)	Quan-FP	P Ka	0.0122
W	0.602 %	(0.007)	Quan-FP	W La	2.0144
Cu	0.199 %	(0.003)	Quan-FP	CuKa	1.2294
Cr	0.171 %	(0.006)	Quan-FP	CrKa	0.3106
Zn	0.091 %	(0.003)	Quan-FP	ZnKa	0.6731
Rb	0.048 %	(0.002)	Quan-FP	RbKa	0.7805
Sr	0.022 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.3927
Au	0.021 %	(0.004)	Quan-FP	AuLa	0.1287

Sample: CCA 3

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	81.865 %	(0.256)	Quan-FP	SiKa	1.2936
K	6.064 %	(0.023)	Quan-FP	K Ka	0.7782
Cu	3.929 %	(0.009)	Quan-FP	CuKa	31.2443
Ca	2.977 %	(0.014)	Quan-FP	CaKa	0.5714
Zn	1.407 %	(0.006)	Quan-FP	ZnKa	13.2912
Mn	1.109 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	3.6133
W	1.061 %	(0.010)	Quan-FP	W La	4.5650
Fe	0.847 %	(0.007)	Quan-FP	FeKa	3.8078
P	0.479 %	(0.056)	Quan-FP	P Ka	0.0074
Cr	0.100 %	(0.005)	Quan-FP	CrKa	0.2402
Au	0.084 %	(0.006)	Quan-FP	AuLa	0.5404
Rb	0.048 %	(0.002)	Quan-FP	RbKa	0.8179
Sr	0.028 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.5329

Continuação...

Sample: **CCA 4**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	84.919 %	(0.267)	Quan-FP	SiKa	1.2823
K	6.365 %	(0.026)	Quan-FP	K Ka	0.6791
Ca	4.222 %	(0.018)	Quan-FP	CaKa	0.6678
P	2.174 %	(0.073)	Quan-FP	P Ka	0.0284
Mn	0.919 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	2.3740
Fe	0.812 %	(0.008)	Quan-FP	FeKa	2.8961
W	0.334 %	(0.006)	Quan-FP	W La	1.2481
S	0.164 %	(0.013)	Quan-FP	S Ka	0.0070
Zn	0.047 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.3894
Cu	0.044 %	(0.003)	Quan-FP	CuKa	0.3014

Sample: **CCA 5**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	55.767 %	(0.262)	Quan-FP	SiKa	1.1847
Fe	31.429 %	(0.031)	Quan-FP	FeKa	222.2324
K	4.762 %	(0.022)	Quan-FP	K Ka	1.2163
P	4.423 %	(0.074)	Quan-FP	P Ka	0.1389
Ca	1.667 %	(0.012)	Quan-FP	CaKa	0.6473
Mn	0.792 %	(0.007)	Quan-FP	MnKa	4.4382
S	0.506 %	(0.016)	Quan-FP	S Ka	0.0506
Zn	0.343 %	(0.004)	Quan-FP	ZnKa	2.9246
W	0.106 %	(0.006)	Quan-FP	W La	0.4115
Br	0.091 %	(0.002)	Quan-FP	BrKa	1.4250
Rb	0.063 %	(0.002)	Quan-FP	RbKa	1.2083
Cu	0.049 %	(0.003)	Quan-FP	CuKa	0.3515

Sample: **CCA 6**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	88.019 %	(0.226)	Quan-FP	SiKa	1.5881
K	6.904 %	(0.025)	Quan-FP	K Ka	0.8791
Ca	2.359 %	(0.013)	Quan-FP	CaKa	0.4443
Mn	1.805 %	(0.010)	Quan-FP	MnKa	5.6868
Fe	0.535 %	(0.006)	Quan-FP	FeKa	2.3306
W	0.197 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.8837
Rb	0.055 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.2565
Tb	0.050 %	(0.014)	Quan-FP	TbLa	0.0870
Zn	0.048 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.4780
Br	0.024 %	(0.001)	Quan-FP	BrKa	0.4505
Au	0.005 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.0383

Continuação...

Sample: **CCA 7**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	87.422 %	(0.232)	Quan-FP	SiKa	1.4839
K	5.958 %	(0.024)	Quan-FP	K Ka	0.7028
Ca	3.047 %	(0.015)	Quan-FP	CaKa	0.5383
P	1.507 %	(0.063)	Quan-FP	P Ka	0.0215
Mn	0.831 %	(0.007)	Quan-FP	MnKa	2.4440
Fe	0.813 %	(0.006)	Quan-FP	FeKa	3.3052
W	0.308 %	(0.005)	Quan-FP	W La	1.3161
Rb	0.055 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.1862
Zn	0.031 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.2913
Au	0.028 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.2215

Sample: **CCA 8**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	86.207 %	(0.241)	Quan-FP	SiKa	1.4656
K	7.460 %	(0.026)	Quan-FP	K Ka	0.9024
Ca	3.098 %	(0.015)	Quan-FP	CaKa	0.5484
Fe	1.172 %	(0.007)	Quan-FP	FeKa	4.7376
Mn	0.994 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	2.9167
W	0.457 %	(0.006)	Quan-FP	W La	1.9023
P	0.359 %	(0.058)	Quan-FP	P Ka	0.0052
Cr	0.106 %	(0.006)	Quan-FP	CrKa	0.2289
Rb	0.074 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.5399
Cu	0.053 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.4045
Sr	0.023 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.5282

Sample: **CCA 9**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	86.744 %	(0.235)	Quan-FP	SiKa	1.4125
K	6.366 %	(0.025)	Quan-FP	K Ka	0.7268
Ca	3.401 %	(0.016)	Quan-FP	CaKa	0.5773
Mn	1.120 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	3.1421
P	1.086 %	(0.064)	Quan-FP	P Ka	0.0150
Fe	0.627 %	(0.006)	Quan-FP	FeKa	2.4320
S	0.357 %	(0.015)	Quan-FP	S Ka	0.0163
W	0.154 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.6274
Zn	0.051 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.4548
Rb	0.049 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.0202
Cu	0.046 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.3484

Continuação...Sample: **CCA 10**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	82.225 %	(0.296)	Quan-FP	SiKa	1.0957
K	9.201 %	(0.033)	Quan-FP	K Ka	0.8924
Ca	3.995 %	(0.020)	Quan-FP	CaKa	0.5508
Mn	1.547 %	(0.011)	Quan-FP	MnKa	3.4833
P	1.151 %	(0.048)	Quan-FP	P Ka	0.0138
Fe	0.833 %	(0.008)	Quan-FP	FeKa	2.5848
W	0.505 %	(0.007)	Quan-FP	W La	1.5968
S	0.239 %	(0.015)	Quan-FP	S Ka	0.0094
Tb	0.181 %	(0.018)	Quan-FP	TbLa	0.2256
Rb	0.065 %	(0.002)	Quan-FP	RbKa	1.0229
Au	0.034 %	(0.004)	Quan-FP	AuLa	0.1963
Sr	0.024 %	(0.002)	Quan-FP	SrKa	0.4263

Sample: **CCA 11**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	90.676 %	(0.235)	Quan-FP	SiKa	1.5567
K	4.465 %	(0.021)	Quan-FP	K Ka	0.5221
Ca	2.363 %	(0.013)	Quan-FP	CaKa	0.4246
Mn	0.786 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	2.3799
P	0.770 %	(0.068)	Quan-FP	P Ka	0.0107
Fe	0.566 %	(0.006)	Quan-FP	FeKa	2.3709
W	0.215 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.9550
Rb	0.057 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.2941
Cu	0.047 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.3855
Zn	0.043 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.4195
Au	0.013 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.1056

Sample: **CCA 12**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	81.047 %	(0.230)	Quan-FP	SiKa	1.3870
K	7.162 %	(0.024)	Quan-FP	K Ka	0.9959
Fe	3.662 %	(0.012)	Quan-FP	FeKa	16.8549
Al	2.952 %	(0.282)	Quan-FP	AlKa	0.0067
Ca	2.383 %	(0.013)	Quan-FP	CaKa	0.4875
Mn	1.349 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	4.5302
S	0.659 %	(0.015)	Quan-FP	S Ka	0.0368
P	0.364 %	(0.047)	Quan-FP	P Ka	0.0061
Ti	0.156 %	(0.009)	Quan-FP	TiKa	0.2004
W	0.139 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.6062
Zn	0.063 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.6056
Ni	0.051 %	(0.003)	Quan-FP	NiKa	0.3122
Au	0.014 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.1096

Continuação...Sample: **CCA 13**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	82.925 %	(0.249)	Quan-FP	SiKa	1.3382
K	8.650 %	(0.029)	Quan-FP	K Ka	1.0127
Ca	3.826 %	(0.017)	Quan-FP	CaKa	0.6421
P	1.543 %	(0.048)	Quan-FP	P Ka	0.0222
Fe	1.460 %	(0.009)	Quan-FP	FeKa	5.5212
Mn	0.902 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	2.4817
W	0.399 %	(0.006)	Quan-FP	W La	1.5449
Cr	0.116 %	(0.006)	Quan-FP	CrKa	0.2363
Zn	0.071 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.6096
Cu	0.051 %	(0.003)	Quan-FP	CuKa	0.3663
Rb	0.033 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.6332
Au	0.024 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.1686

Sample: **CCA 14**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	87.591 %	(0.243)	Quan-FP	SiKa	1.4754
K	5.879 %	(0.024)	Quan-FP	K Ka	0.7020
Ca	3.226 %	(0.015)	Quan-FP	CaKa	0.5770
Fe	1.326 %	(0.008)	Quan-FP	FeKa	5.3850
Mn	1.104 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	3.2571
W	0.398 %	(0.006)	Quan-FP	W La	1.6544
P	0.299 %	(0.052)	Quan-FP	P Ka	0.0043
Cr	0.104 %	(0.006)	Quan-FP	CrKa	0.2270
Rb	0.036 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.7522
Sr	0.021 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.4890
Au	0.019 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.1468

Sample: **CCA 15**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	88.225 %	(0.251)	Quan-FP	SiKa	1.3404
K	4.104 %	(0.022)	Quan-FP	K Ka	0.4352
Ca	3.041 %	(0.015)	Quan-FP	CaKa	0.4971
P	1.261 %	(0.059)	Quan-FP	P Ka	0.0161
Fe	1.207 %	(0.008)	Quan-FP	FeKa	4.5129
Mn	1.048 %	(0.009)	Quan-FP	MnKa	2.8359
S	0.829 %	(0.020)	Quan-FP	S Ka	0.0350
W	0.115 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.4424
Zn	0.077 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.6562
Cu	0.046 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.3295
Rb	0.030 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.5989
Au	0.016 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.1160

Continuação...

Sample: **CCA 16**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Ca	48.248 %	(0.050)	Quan-FP	CaKa	17.1987
Si	29.904 %	(0.147)	Quan-FP	SiKa	0.7939
K	10.793 %	(0.026)	Quan-FP	K Ka	3.4311
P	3.630 %	(0.050)	Quan-FP	P Ka	0.1719
Fe	2.598 %	(0.011)	Quan-FP	FeKa	11.4685
Mn	2.515 %	(0.013)	Quan-FP	MnKa	8.1423
Ba	0.687 %	(0.034)	Quan-FP	BaLa	0.2834
Sr	0.617 %	(0.002)	Quan-FP	SrKa	14.4714
S	0.479 %	(0.011)	Quan-FP	S Ka	0.0709
Zn	0.175 %	(0.003)	Quan-FP	ZnKa	1.6757
Ti	0.110 %	(0.011)	Quan-FP	TiKa	0.1362
Rb	0.100 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	2.1133
W	0.090 %	(0.005)	Quan-FP	W La	0.3912
Cu	0.052 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.4137
Y	0.004 %	(0.001)	Quan-FP	Y Ka	0.0896

Sample: **CCA 17**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	78.707 %	(0.303)	Quan-FP	SiKa	0.7504
K	8.934 %	(0.039)	Quan-FP	K Ka	0.6581
Ca	5.673 %	(0.027)	Quan-FP	CaKa	0.5920
Mn	2.043 %	(0.017)	Quan-FP	MnKa	3.3887
Fe	1.228 %	(0.013)	Quan-FP	FeKa	2.8078
P	1.003 %	(0.075)	Quan-FP	P Ka	0.0092
Cu	0.943 %	(0.008)	Quan-FP	CuKa	3.9285
S	0.833 %	(0.026)	Quan-FP	S Ka	0.0251
W	0.353 %	(0.012)	Quan-FP	W La	0.7971
Zn	0.254 %	(0.006)	Quan-FP	ZnKa	1.2656
Au	0.029 %	(0.007)	Quan-FP	AuLa	0.1134

Sample: **CCA 18**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	84.797 %	(0.220)	Quan-FP	SiKa	1.5231
K	4.532 %	(0.019)	Quan-FP	K Ka	0.6381
Al	3.936 %	(0.380)	Quan-FP	AlKa	0.0100
Ca	3.267 %	(0.014)	Quan-FP	CaKa	0.7032
Fe	1.191 %	(0.007)	Quan-FP	FeKa	5.8301
Mn	1.056 %	(0.008)	Quan-FP	MnKa	3.7475
P	0.801 %	(0.049)	Quan-FP	P Ka	0.0135
W	0.245 %	(0.004)	Quan-FP	W La	1.2355
Cr	0.077 %	(0.004)	Quan-FP	CrKa	0.2012
Cu	0.042 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.3927
Rb	0.033 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.8455
Sr	0.024 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.6948

Continuação...

Sample: **CCA 19**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	75.820 %	(0.282)	Quan-FP	SiKa	1.0009
K	11.933 %	(0.036)	Quan-FP	K Ka	1.2307
Ca	3.150 %	(0.019)	Quan-FP	CaKa	0.4441
Fe	2.726 %	(0.013)	Quan-FP	FeKa	8.6018
P	2.684 %	(0.063)	Quan-FP	P Ka	0.0350
Mn	2.515 %	(0.014)	Quan-FP	MnKa	5.7849
W	0.345 %	(0.008)	Quan-FP	W La	1.0323
S	0.327 %	(0.016)	Quan-FP	S Ka	0.0138
Zn	0.245 %	(0.004)	Quan-FP	ZnKa	1.6175
Cu	0.091 %	(0.004)	Quan-FP	CuKa	0.5015
Br	0.085 %	(0.002)	Quan-FP	BrKa	1.0323
Rb	0.078 %	(0.002)	Quan-FP	RbKa	1.1477

Sample: **CCA 20**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	78.055 %	(0.222)	Quan-FP	SiKa	1.3760
K	7.564 %	(0.025)	Quan-FP	K Ka	1.0464
Ca	5.352 %	(0.018)	Quan-FP	CaKa	1.0715
Fe	3.610 %	(0.012)	Quan-FP	FeKa	15.3989
P	1.869 %	(0.051)	Quan-FP	P Ka	0.0320
Mn	1.760 %	(0.010)	Quan-FP	MnKa	5.4852
W	0.693 %	(0.007)	Quan-FP	W La	2.7774
Ti	0.457 %	(0.011)	Quan-FP	TiKa	0.5484
S	0.268 %	(0.012)	Quan-FP	S Ka	0.0150
Cu	0.169 %	(0.003)	Quan-FP	CuKa	1.2508
Zn	0.136 %	(0.003)	Quan-FP	ZnKa	1.2059
Rb	0.043 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	0.8447
Sr	0.023 %	(0.001)	Quan-FP	SrKa	0.5063

Sample: **CCA 21**

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line	Int. (cps/uA)
Si	84.366 %	(0.229)	Quan-FP	SiKa	1.4443
K	9.225 %	(0.029)	Quan-FP	K Ka	1.1400
Ca	2.467 %	(0.014)	Quan-FP	CaKa	0.4351
Mn	2.045 %	(0.011)	Quan-FP	MnKa	6.0126
P	0.963 %	(0.060)	Quan-FP	P Ka	0.0145
Fe	0.684 %	(0.007)	Quan-FP	FeKa	2.7804
Zn	0.073 %	(0.002)	Quan-FP	ZnKa	0.6715
Cu	0.057 %	(0.002)	Quan-FP	CuKa	0.4363
Rb	0.048 %	(0.001)	Quan-FP	RbKa	1.0240
Au	0.043 %	(0.003)	Quan-FP	AuLa	0.3283
Br	0.027 %	(0.002)	Quan-FP	BrKa	0.4750

Apêndice 4 - Interpretação dos teores totais determinados por fluorescência de Raio X com energia dispersiva (EDXRF-720)

CCA 1	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de elemento g kg^{-1}
Elemento			Oxido-elemento		%	
Si	87.229	SiO ₂	2.138930428	186.576762	91.53101001	427.93
K	5.989	K ₂ O	1.204585443	7.214262	3.539179795	29.38
Ca	3.901	CaO	1.399186627	5.458227	2.677702340	19.14
Mn	1.174	MnO ₂	1.582452947	1.857800	0.911401218	5.76
Fe	0.752	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.075157	0.527451343	3.69
P	0.441	P ₂ O ₅	2.291365606	1.010492	0.495728265	2.16
W	0.328	WO ₃	1.261072614	0.413632	0.202919900	1.61
Zn	0.087	ZnO	1.244751415	0.108293	0.053126669	0.43
Cu	0.062	CuO	1.251800441	0.077612	0.038074788	0.30
Rb	0.029	RbO ₂	1.374386334	0.039857	0.019553186	0.14
Au	0.007	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.007853	0.003852485	0.03
Total	99.999			203.839947	100.000000003	490.58

CCA 2	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de elemento g kg^{-1}
Elemento			Oxido-elemento		%	
Si	84.043	SiO ₂	2.138930428	179.76213	89.27595816	417.39
K	7.328	K ₂ O	1.204585443	8.827202128	4.383887352	36.39
Ca	3.452	CaO	1.399186627	4.829992236	2.398737625	17.14
Mn	1.257	MnO ₂	1.582452947	1.989143354	0.987875916	6.24
Fe	1.781	Fe ₂ O ₃	1.429729439	2.546348132	1.264602669	8.85
P	0.986	P ₂ O ₅	2.291365606	2.259286487	1.12203814	4.90
W	0.328	WO ₃	1.261072614	0.413631817	0.205423561	1.63
Zn	0.091	ZnO	1.244751415	0.113272379	0.056254897	0.45
Cu	0.199	CuO	1.251800441	0.249108288	0.123715607	0.99
Rb	0.048	RbO ₂	1.374386334	0.065970544	0.032763205	0.24
Au	0.021	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.023558708	0.011700052	0.10
Cr	0.171	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.249926189	0.124121805	0.85
Sr	0.022	SrO	1.182599863	0.026017197	0.012921021	0.11
Total	99.727			201.3555874	100.000000008	478.13

continuação...

CCA 3						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	81.865	SiO ₂	2.138930428	175.1035395	87.99872826	411.41
K	6.064	K ₂ O	1.204585443	7.304606128	3.670948352	30.47
Ca	2.977	CaO	1.399186627	4.165378588	2.093321583	14.96
Mn	1.109	MnO ₂	1.582452947	1.754940318	0.881949712	5.57
Fe	0.847	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.210980835	0.608581493	4.26
P	0.479	P ₂ O ₅	2.291365606	1.097564125	0.551583637	2.41
W	1.061	WO ₃	1.261072614	1.337998043	0.672414313	5.33
Zn	1.407	ZnO	1.244751415	1.751365241	0.880153048	7.07
Cu	3.929	CuO	1.251800441	4.918323931	2.471716177	19.75
Rb	0.048	RbO ₂	1.374386334	0.065970544	0.033153664	0.24
Au	0.084	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.094234833	0.047357955	0.42
Cr	0.1	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.146155666	0.073450901	0.50
Sr	0.028	SrO	1.182599863	0.033112796	0.01664092	0.14
Total	99.998			198.9841705	100.000000017	502.54

CCA 4						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	84.919	SiO ₂	2.138930428	181.635833	89.18166658	416.95
K	6.365	K ₂ O	1.204585443	7.667186346	3.76452402	31.25
Ca	4.222	CaO	1.399186627	5.907365938	2.900466999	20.73
Mn	0.919	MnO ₂	1.582452947	1.454274258	0.714036431	4.51
Fe	0.812	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.160940305	0.570011927	3.99
P	2.174	P ₂ O ₅	2.291365606	4.981428827	2.445839664	10.67
W	0.334	WO ₃	1.261072614	0.421198253	0.2068048	1.64
Zn	0.047	ZnO	1.244751415	0.058503317	0.028724636	0.23
Cu	0.044	CuO	1.251800441	0.055079219	0.027043434	0.22
Rb	0	RbO ₂	1.374386334	0	0	0.00
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.164	SO ₂	1.997966567	0.327666517	0.160881504	0.81
Total	100			203.669476	99.999999996	490.99

continuação...

CCA 5						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	55.767	SiO ₂	2.138930428	119.2817332	64.29892447	300.61
K	4.762	K ₂ O	1.204585443	5.736235881	3.092123058	25.67
Ca	1.667	CaO	1.399186627	2.332444107	1.257306072	8.99
Mn	0.792	MnO ₂	1.582452947	1.253302734	0.675593955	4.27
Fe	31.429	Fe ₂ O ₃	1.429729439	44.93496655	24.22223372	169.42
P	4.423	P ₂ O ₅	2.291365606	10.13471007	5.463124489	23.84
W	0.106	WO ₃	1.261072614	0.133673697	0.072056925	0.57
Zn	0.343	ZnO	1.244751415	0.426949735	0.230147635	1.85
Cu	0.049	CuO	1.251800441	0.061338222	0.033064423	0.26
Rb	0.063	RbO ₂	1.374386334	0.086586339	0.046674443	0.34
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.506	SO ₂	1.997966567	1.010971083	0.544964862	2.73
Br	0.091	Br ₂ O ₃	1.300330376	0.118330064	0.063785926	0.49
Total	99.998			185.5112417	99.999999980	539.04
CCA 6						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	88.019	SiO ₂	2.138930428	188.2665173	92.29518728	431.50
K	6.904	K ₂ O	1.204585443	8.3164579	4.07703425	33.85
Ca	2.359	CaO	1.399186627	3.300681252	1.61811563	11.56
Mn	1.805	MnO ₂	1.582452947	2.856327569	1.400277073	8.85
Fe	0.535	Fe ₂ O ₃	1.429729439	0.76490525	0.374984752	2.62
P	0	P ₂ O ₅	2.291365606	0	0	0.00
W	0.197	WO ₃	1.261072614	0.248431305	0.121790184	0.97
Zn	0.048	ZnO	1.244751415	0.059748068	0.029290706	0.24
Cu	0	CuO	1.251800441	0	0	0.00
Rb	0.055	RbO ₂	1.374386334	0.075591248	0.037057617	0.27
Au	0.005	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.005609216	0.002749845	0.02
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0.024	Br ₂ O ₃	1.300330376	0.031207929	0.015299277	0.12
Tb	0.05	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0.057550496	0.028213375	0.25
Total	100.001			203.9830276	99.999999987	490.24

continuação...

CCA 7	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	87.422	SiO ₂	2.138930428	186.9895759	91.26148502	426.67
K	5.958	K ₂ O	1.204585443	7.176920071	3.502742762	29.08
Ca	3.047	CaO	1.399186627	4.263321652	2.080742005	14.87
Mn	0.831	MnO ₂	1.582452947	1.315018399	0.641803327	4.06
Fe	0.813	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.162370034	0.567302295	3.97
P	1.507	P ₂ O ₅	2.291365606	3.453087968	1.685302159	7.36
W	0.308	WO ₃	1.261072614	0.388410365	0.189566218	1.50
Zn	0.031	ZnO	1.244751415	0.038587294	0.018832781	0.15
Cu	0	CuO	1.251800441	0	0	0.00
Rb	0.055	RbO ₂	1.374386334	0.075591248	0.036892803	0.27
Au	0.028	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.031411611	0.015330642	0.14
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Total	100			204.8942945	100.000000008	488.06

CCA 8	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	86.207	SiO ₂	2.138930428	184.3907754	90.96313315	425.27
K	7.46	K ₂ O	1.204585443	8.986207406	4.433050292	36.80
Ca	3.098	CaO	1.399186627	4.33468017	2.138372099	15.28
Mn	0.994	MnO ₂	1.582452947	1.572958229	0.775967282	4.90
Fe	1.172	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.675642903	0.826623393	5.78
P	0.359	P ₂ O ₅	2.291365606	0.822600252	0.405802818	1.77
W	0.457	WO ₃	1.261072614	0.576310184	0.284303702	2.25
Zn	0	ZnO	1.244751415	0	0	0.00
Cu	0.053	CuO	1.251800441	0.066345423	0.032729336	0.26
Rb	0.074	RbO ₂	1.374386334	0.101704589	0.050172619	0.37
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0.106	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.154925006	0.076427163	0.52
Sr	0.023	SrO	1.182599863	0.027199797	0.013418126	0.11
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Total	100.003			202.7093494	99.999999982	493.33

continuação...

CCA 9	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	86.744	SiO ₂	2.138930428	185.539381	90.85291848	424.76
K	6.366	K ₂ O	1.204585443	7.668390931	3.754974778	31.17
Ca	3.401	CaO	1.399186627	4.758633718	2.330156319	16.65
Mn	1.12	MnO ₂	1.582452947	1.772347301	0.867863868	5.48
Fe	0.627	Fe ₂ O ₃	1.429729439	0.896440358	0.438959224	3.07
P	1.086	P ₂ O ₅	2.291365606	2.488423048	1.218504099	5.32
W	0.154	WO ₃	1.261072614	0.194205182	0.095096294	0.75
Zn	0.051	ZnO	1.244751415	0.063482322	0.031085337	0.25
Cu	0.046	CuO	1.251800441	0.05758282	0.028196533	0.23
Rb	0.049	RbO ₂	1.374386334	0.06734493	0.032976738	0.24
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.357	SO ₂	1.997966567	0.713274064	0.349268334	1.75
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Total	100.001			204.2195057	100.000000010	489.67

CCA 10	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	82.225	SiO ₂	2.138930428	175.8735544	87.80435705	410.51
K	9.201	K ₂ O	1.204585443	11.08339066	5.533350334	45.94
Ca	3.995	CaO	1.399186627	5.589750574	2.790666606	19.94
Mn	1.547	MnO ₂	1.582452947	2.448054709	1.222184145	7.72
Fe	0.833	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.190964623	0.594585601	4.16
P	1.151	P ₂ O ₅	2.291365606	2.637361812	1.316695162	5.75
W	0.505	WO ₃	1.261072614	0.63684167	0.317941339	2.52
Zn	0	ZnO	1.244751415	0	0	0.00
Cu	0	CuO	1.251800441	0	0	0.00
Rb	0.065	RbO ₂	1.374386334	0.089335112	0.044600293	0.32
Au	0.034	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.038142671	0.019042617	0.17
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0.024	SrO	1.182599863	0.028382397	0.014169828	0.12
S	0.239	SO ₂	1.997966567	0.477514009	0.238397471	1.19
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0.181	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0.208332795	0.104009538	0.90
Total	100			200.3016255	99.999999987	499.25

continuação...

CCA 11	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	90.676	SiO ₂	2.138930428	193.9496555	93.72799287	438.20
K	4.465	K ₂ O	1.204585443	5.378474004	2.599198085	21.58
Ca	2.363	CaO	1.399186627	3.306277999	1.5977899	11.42
Mn	0.786	MnO ₂	1.582452947	1.243808016	0.601081908	3.80
Fe	0.566	Fe ₂ O ₃	1.429729439	0.809226863	0.391066483	2.74
P	0.77	P ₂ O ₅	2.291365606	1.764351516	0.852639444	3.72
W	0.215	WO ₃	1.261072614	0.271130612	0.131026415	1.04
Zn	0.043	ZnO	1.244751415	0.053524311	0.025866126	0.21
Cu	0.047	CuO	1.251800441	0.058834621	0.028432383	0.23
Rb	0.057	RbO ₂	1.374386334	0.078340021	0.037858551	0.28
Au	0.013	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.014583962	0.007047837	0.06
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Total	100.001			206.9282074	100.000000006	483.26

CCA 12	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator		Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Elemento			Oxido-elemento	% como óxido		
Si	81.047	SiO ₂	2.138930428	173.3538944	86.2419691	403.20
K	7.162	K ₂ O	1.204585443	8.627240944	4.291973073	35.63
Ca	2.383	CaO	1.399186627	3.334261732	1.658764565	11.86
Mn	1.349	MnO ₂	1.582452947	2.134729025	1.062008069	6.71
Fe	3.662	Fe ₂ O ₃	1.429729439	5.235669207	2.604697307	18.22
P	0.364	P ₂ O ₅	2.291365606	0.834057081	0.414935731	1.81
W	0.139	WO ₃	1.261072614	0.175289093	0.087204713	0.69
Zn	0.063	ZnO	1.244751415	0.078419339	0.0390129	0.31
Cu	0	CuO	1.251800441	0	0	0.00
Rb	0	RbO ₂	1.374386334	0	0	0.00
Au	0.014	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.015705806	0.007813494	0.07
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.659	SO ₂	1.997966567	1.316659968	0.655026232	3.28
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	2.952	Al ₂ O ₃	1.889465004	5.577700691	2.774854827	14.69
Ti	0.156	TiO ₂	1.668033403	0.260213211	0.129453681	0.78
Ni	0.051	NiO	1.272515755	0.064898304	0.032286309	0.25
Total	100.001			201.0087388	99.999999998	497.50

continuação...

CCA 13						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	82.925	SiO ₂	2.138930428	177.3708057	88.20410868	412.37
K	8.65	K ₂ O	1.204585443	10.41966408	5.181558371	43.02
Ca	3.826	CaO	1.399186627	5.353288034	2.662117915	19.03
Mn	0.902	MnO ₂	1.582452947	1.427372558	0.709813116	4.49
Fe	1.46	Fe ₂ O ₃	1.429729439	2.087404981	1.038038335	7.26
P	1.543	P ₂ O ₅	2.291365606	3.53557713	1.758194806	7.67
W	0.399	WO ₃	1.261072614	0.503167973	0.250218644	1.98
Zn	0.071	ZnO	1.244751415	0.08837735	0.043948864	0.35
Cu	0.051	CuO	1.251800441	0.063841822	0.031747677	0.25
Rb	0.033	RbO ₂	1.374386334	0.045354749	0.022554305	0.16
Au	0.024	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.026924238	0.01338906	0.12
Cr	0.116	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.169540572	0.084310239	0.58
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Total	100			201.0913192	100.000000016	497.29
CCA 14						
Elemento	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	87.591	SiO ₂	2.138930428	187.3510551	91.82790741	429.32
K	5.879	K ₂ O	1.204585443	7.081757821	3.471039974	28.82
Ca	3.226	CaO	1.399186627	4.513776058	2.212374036	15.81
Mn	1.104	MnO ₂	1.582452947	1.747028053	0.856285171	5.41
Fe	1.326	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.895821237	0.929214393	6.50
P	0.299	P ₂ O ₅	2.291365606	0.685118316	0.335802653	1.47
W	0.398	WO ₃	1.261072614	0.5019069	0.246003741	1.95
Zn	0	ZnO	1.244751415	0	0	0.00
Cu	0	CuO	1.251800441	0	0	0.00
Rb	0.036	RbO ₂	1.374386334	0.049477908	0.024251012	0.18
Au	0.019	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.021315022	0.010447306	0.09
Cr	0.104	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.152001892	0.074501933	0.51
Sr	0.021	SrO	1.182599863	0.024834597	0.012172385	0.10
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Total	100.003			204.0240929	100.000000010	490.15

continuação...

CCA 15	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	88.225	SiO ₂	2.138930428	188.707137	91.51960193	427.88
K	4.104	K ₂ O	1.204585443	4.943618659	2.397567039	19.90
Ca	3.041	CaO	1.399186627	4.254926532	2.063563618	14.75
Mn	1.048	MnO ₂	1.582452947	1.658410688	0.80429966	5.08
Fe	1.207	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.725683433	0.836925743	5.85
P	1.261	P ₂ O ₅	2.291365606	2.889412029	1.401313394	6.12
W	0.115	WO ₃	1.261072614	0.145023351	0.070333743	0.56
Zn	0.077	ZnO	1.244751415	0.095845859	0.046483535	0.37
Cu	0.046	CuO	1.251800441	0.05758282	0.027926643	0.22
Rb	0.03	RbO ₂	1.374386334	0.04123159	0.019996587	0.15
Au	0.016	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.017949492	0.008705184	0.08
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.829	SO ₂	1.997966567	1.656314284	0.803282941	4.02
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Total	99.999			206.1931357	100.000000022	484.98

CCA 16	Teor no laudo (%)	Óxido estável	Fator Oxido-elemento	% como óxido	Teor de óxido %	Teor de elemento g kg ⁻¹
Si	29.904	SiO ₂	2.138930428	63.96257552	39.08387249	182.73
K	10.793	K ₂ O	1.204585443	13.00109069	7.944223112	65.95
Ca	48.248	CaO	1.399186627	67.50795637	41.250252	294.82
Mn	2.515	MnO ₂	1.582452947	3.979869162	2.431870474	15.37
Fe	2.598	Fe ₂ O ₃	1.429729439	3.714437083	2.269680109	15.87
P	3.63	P ₂ O ₅	2.291365606	8.317657149	5.082444677	22.18
W	0.09	WO ₃	1.261072614	0.113496535	0.069351243	0.55
Zn	0.175	ZnO	1.244751415	0.217831498	0.133104373	1.07
Cu	0.052	CuO	1.251800441	0.065093623	0.039774991	0.32
Rb	0.1	RbO ₂	1.374386334	0.137438633	0.08398089	0.61
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0.617	SrO	1.182599863	0.729664115	0.445856019	3.77
S	0.479	SO ₂	1.997966567	0.957025986	0.584783857	2.93
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0.11	TiO ₂	1.668033403	0.183483674	0.112116382	0.67
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Ba	0.687	BaO	1.11649483	0.767031948	0.468689365	4.20

Total	99.998		163.654652	99.999999988	611.03
-------	--------	--	------------	--------------	---------------

continuação...

CCA 17	Teor no	Óxido	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de
Elemento	laudo (%)	estável	Oxido-elemento		%	elemento
						g kg⁻¹
Si	78.707	SiO ₂	2.138930428	168.3487972	85.03595698	397.56
K	8.934	K ₂ O	1.204585443	10.76176635	5.43595865	45.13
Ca	5.673	CaO	1.399186627	7.937585734	4.009415037	28.66
Mn	2.043	MnO ₂	1.582452947	3.232951371	1.633020956	10.32
Fe	1.228	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.755707752	0.886839059	6.20
P	1.003	P ₂ O ₅	2.291365606	2.298239703	1.160881549	5.07
W	0.353	WO ₃	1.261072614	0.445158633	0.224857504	1.78
Zn	0.254	ZnO	1.244751415	0.316166859	0.159701476	1.28
Cu	0.943	CuO	1.251800441	1.180447816	0.596265084	4.76
Rb	0	RbO ₂	1.374386334	0	0	0.00
Au	0.029	Au ₂ O ₃	1.121843253	0.032533454	0.016433224	0.15
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.833	SO ₂	1.997966567	1.66430615	0.840670492	4.21
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Ba	0	BaO	1.11649483	0	0	0.00
Total	100			197.973661	100.000000007	505.12

CCA 18	Teor no	Óxido	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de
Elemento	laudo (%)	estável	Oxido-elemento		%	elemento
						g kg⁻¹
Si	84.797	SiO ₂	2.138930428	181.3748835	88.64886405	414.45
K	4.532	K ₂ O	1.204585443	5.459181229	2.668231705	22.15
Ca	3.267	CaO	1.399186627	4.57114271	2.234193626	15.97
Mn	1.056	MnO ₂	1.582452947	1.671070312	0.816753026	5.16
Fe	1.191	Fe ₂ O ₃	1.429729439	1.702807762	0.832265035	5.82
P	0.801	P ₂ O ₅	2.291365606	1.83538385	0.89706298	3.91
W	0.245	WO ₃	1.261072614	0.30896279	0.151008783	1.20
Zn	0	ZnO	1.244751415	0	0	0.00
Cu	0.042	CuO	1.251800441	0.052575619	0.025696881	0.21
Rb	0.033	RbO ₂	1.374386334	0.045354749	0.022167606	0.16
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0.077	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0.112539863	0.05500503	0.38
Sr	0.024	SrO	1.182599863	0.028382397	0.013872192	0.12
S	0	SO ₂	1.997966567	0	0	0.00
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	3.936	Al ₂ O ₃	1.889465004	7.436934255	3.634879102	19.24
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00

Ba	0	BaO	1.11649483	0	0	0.00
Total	100.001			204.599219	100.000000017	488.77

continuação...

CCA 19	Teor no	Óxido	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de
Elemento	laudo (%)	estável	Oxido-elemento		%	elemento
						g kg⁻¹
Si	75.82	SiO ₂	2.138930428	162.173705	82.4439579	385.44
K	11.933	K ₂ O	1.204585443	14.37431809	7.307446515	60.66
Ca	3.15	CaO	1.399186627	4.407437874	2.24060135	16.01
Mn	2.515	MnO ₂	1.582452947	3.979869162	2.023239005	12.79
Fe	2.726	Fe ₂ O ₃	1.429729439	3.897442452	1.981335885	13.86
P	2.684	P ₂ O ₅	2.291365606	6.150025286	3.126477413	13.64
W	0.345	WO ₃	1.261072614	0.435070052	0.221175788	1.75
Zn	0.245	ZnO	1.244751415	0.304964097	0.155034055	1.25
Cu	0.091	CuO	1.251800441	0.11391384	0.057910176	0.46
Rb	0.078	RbO ₂	1.374386334	0.107202134	0.054498158	0.40
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0.327	SO ₂	1.997966567	0.653335067	0.332134786	1.66
Br	0.085	Br ₂ O ₃	1.300330376	0.110528082	0.056188964	0.43
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO ₂	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Ba	0	BaO	1.11649483	0	0	0.00
Total	99.999			196.7078112	99.999999994	508.36

CCA 20	Teor no	Óxido	Fator	% como óxido	Teor de óxido	Teor de
Elemento	laudo (%)	estável	Oxido-elemento		%	elemento
						g kg⁻¹
Si	78.055	SiO ₂	2.138930428	166.9542146	84.14099784	393.38
K	7.564	K ₂ O	1.204585443	9.111484292	4.591973807	38.12
Ca	5.352	CaO	1.399186627	7.488446826	3.774001093	26.97
Mn	1.76	MnO ₂	1.582452947	2.785117187	1.403633564	8.87
Fe	3.61	Fe ₂ O ₃	1.429729439	5.161323276	2.601185551	18.19
P	1.869	P ₂ O ₅	2.291365606	4.282562317	2.158310694	9.42
W	0.693	WO ₃	1.261072614	0.873923321	0.440436802	3.49
Zn	0.136	ZnO	1.244751415	0.169286192	0.08531626	0.69
Cu	0.169	CuO	1.251800441	0.211554274	0.106618379	0.85
Rb	0.043	RbO ₂	1.374386334	0.059098612	0.029784311	0.22
Au	0	Au ₂ O ₃	1.121843253	0	0	0.00
Cr	0	Cr ₂ O ₃	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0.023	SrO	1.182599863	0.027199797	0.013708058	0.12
S	0.268	SO ₂	1.997966567	0.53545504	0.269856748	1.35
Br	0	Br ₂ O ₃	1.300330376	0	0	0.00
Tb	0	Tb ₂ O ₃	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al ₂ O ₃	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0.457	TiO ₂	1.668033403	0.762291265	0.384176871	2.30
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Ba	0	BaO	1.11649483	0	0	0.00

Total	99.999		198.421957	99.999999978	503.97
-------	--------	--	------------	--------------	---------------

continuação...

CCA 21	Teor no	Óxido	Fator		Teor de óxido	Teor de
Elemento	laudo (%)	estável	Oxido-elemento	% como óxido	%	elemento
						g kg⁻¹
Si	84.366	SiO2	2.138930428	180.4530045	89.44419066	418.17
K	9.225	K2O	1.204585443	11.11230071	5.507975589	45.73
Ca	2.467	CaO	1.399186627	3.451793408	1.710932265	12.23
Mn	2.045	MnO2	1.582452947	3.236116277	1.604028717	10.14
Fe	0.684	Fe2O3	1.429729439	0.977934937	0.484727861	3.39
P	0.963	P2O5	2.291365606	2.206585078	1.093726408	4.77
W	0	WO3	1.261072614	0	0	0.00
Zn	0.073	ZnO	1.244751415	0.090866853	0.045039495	0.36
Cu	0.057	CuO	1.251800441	0.071352625	0.035366698	0.28
Rb	0.048	RbO2	1.374386334	0.065970544	0.032699272	0.24
Au	0.043	Au2O3	1.121843253	0.04823926	0.0239105	0.21
Cr	0	Cr2O3	1.461556658	0	0	0.00
Sr	0	SrO	1.182599863	0	0	0.00
S	0	SO2	1.997966567	0	0	0.00
Br	0.027	Br2O3	1.300330376	0.03510892	0.017402254	0.13
Tb	0	Tb2O3	1.151009917	0	0	0.00
Al	0	Al2O3	1.889465004	0	0	0.00
Ti	0	TiO2	1.668033403	0	0	0.00
Ni	0	NiO	1.272515755	0	0	0.00
Ba	0	BaO	1.11649483	0	0	0.00
Total	99.998			201.7492731	100.000000001	495.65

Apêndice 5 - Teores totais de Ca , Mg, P, K e Si determinados nas 21 amostras de CCA pelos três métodos de digestão.

CCA	M 1 ⁽¹⁾	M 2	M 3	M 1	M 2	M 3	M 1	M 2	M 3	M 1	M 2	M 3	M 1	M 2	M 3
	-----Ca-----			-----Mg-----			-----P-----			-----K-----			-----Si-----		
mg kg ⁻¹															
1	4745	4829	5251	964	877	995	1399	1153		1322	4895	7225	230		
2	4406	4380	4435	874	882	893	1649	1615		3384	6748	7780	309		
3	5197	4492	4901	900	617	877	1649	1464		2863	6218	8892	115		
4	5762	5279	5718	964	953	963	2458	2281		2643	5425	7225	115		
5	4067	4268	4668	2712	2777	2904	17026	14391		12090	12226	13760	295		
6	3841	4043	4084	699	790	743	1339	957		5846	8865	9448	410		
7	4519	4380	4785	1213	1976	1198	3037	2819		3524	6113	7409	309		
8	4406	4268	4785	911	947	941	1539	832		5066	8467	11115	65		
9	3389	3482	3734	1303	1711	1332	2018	2212		6405	6557	7806	554		
10	4745	4492	4551	927	1072	952	1409	1229		6507	8336	8600	367		
11	3615	3369	3618	795	1153	818	2048	1914		2911	4446	5954	338		
12	4293	4043	4084	1181	1240	1214	1379	1363		6388	10003	10188	302		
13	5649	5279	5602	1033	1072	1059	1928	2098		5507	9923	10559	122		
14	6214	5615	6185	985	969	973	959	963		2863	7145	8336	108		
15	4067	3482	3968	863	1169	861	2118	2090		2436	3334	4366	288		
16	106649	106020	108764	11489	7942	11585	5575	5949		17841	28314	43348	58		
17	2034	2134	2567	254	341	294	619	621		3643	4334	5689	417		
18	5423	4829	5835	805	753	754	1169	957		2203	5160	6113	273		
19	3502	3482	3384	826	769	781	2818	2985		7709	10055	11115	532		
20	9716	9659	9919	1653	1705	1626	2778	3118		6626	9261	11671	58		
21	4180	3594	4084	810	915	792	1948	2396		6846	7409	10559	230		

⁽¹⁾ **Método 1 (M 1):** sistema aberto, digestão com ácido nítrico-(HNO₃) e ácido perclórico (HClO₄) na proporção de 2:1; **Método 2 (M 2):** sistema aberto, digestão com peróxido de hidrogênio (H₂O₂), ácido sulfúrico (H₂SO₄) e mistura digestora (selenito de sódio , sulfato de sódio e sulfato de cobre **Método 3 (M 3):** sistema fechado, mistura de ácidos: ácido nítrico, ácido perclórico e ácido fluorídrico (HF) na proporção 4:2:1.

Apêndice 6 - Teores de Si, P, K, Ca e Mg nas 21 amostras de CCA extraídos pelo seis métodos.

CCA	Métodos de extração					
	M 1 água destilada	M 2 KCl 1 M	M 3 CH ₃ COONH ₄ 0.5 M pH ₇	M 4 Mehlich-1	M 5 HCl 0,1 M	M 6 Mehlich-3
	Si (mg kg ⁻¹) ⁽¹⁾					
1	96	227	207	34	26	569
2	360	564	434	81	68	728
3	303	504	366	79	58	758
4	236	432	261	77	36	714
5	35	75	94	12	72	677
6	461	624	496	96	103	841
7	295	554	375	98	30	836
8	401	585	433	84	83	965
9	748	1019	611	186	127	975
10	628	784	728	180	159	959
11	376	663	516	78	63	922
12	435	643	572	99	87	813
13	442	750	517	68	41	1178
14	321	571	532	47	51	963
15	208	462	452	51	26	818
16	81	198	1040	1106	811	927
17	53	104	235	26	23	721
18	117	283	260	94	41	743
19	221	530	519	35	12	742
20	408	599	462	212	66	829
21	403	559	385	215	151	735
5A	550	42	142	122	18	954

⁽¹⁾ média de três repetições

continuação...

CCA	Métodos de extração					
	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5	M 6
	Água Destilada	KCl 1 M	CH ₃ COONH ₄ 0.5 M pH ₇	Mehlich-1	HCl 0.1 M	Mehlich-3
P (mg kg ⁻¹) ⁽¹⁾						
1	492	757	825	730	1415	1776
2	351	403	649	712	1485	1923
3	239	293	560	854	1754	2276
4	328	354	676	1159	2111	2913
5	9617	9916	7194	9056	10773	14036
6	432	483	675	635	1112	1458
7	527	557	911	1131	2106	2579
8	169	186	613	748	1451	1413
9	563	644	958	971	1797	2002
10	333	389	634	1093	1201	1413
11	573	640	757	1463	1487	1782
12	472	522	628	1276	1275	1603
13	352	371	945	1000	2133	2493
14	168	171	499	442	815	1121
15	766	1150	1265	1250	2352	2733
16	19	40	56	243	404	5051
17	163	163	144	156	1478	1840
18	332	338	414	881	1024	1241
19	1293	1420	1518	1292	2420	2749
20	656	690	721	798	1920	2030
21	973	1074	1234	938	1744	2030
5A	557	1459	311	1368	1676	1539

⁽¹⁾ média de três repetições

continuação...

Métodos de extração						
	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5	M 6
CCA	Água Destilada	KCl 1 M	CH ₃ COONH ₄ 0.5 M pH ₇	Mehlich-1	HCl 0.1 M	Mehlich-3
K (mg kg ⁻¹) ⁽¹⁾						
1	500		712	595	619	915
2	2051		3509	3341	3305	3383
3	1254		2590	2530	2423	2862
4	1225		2250	2341	2277	2633
5	6747		9381	7914	8764	11190
6	2088		3942	3990	3216	5366
7	1776		3024	3030	2355	3183
8	1226		2487	2300	1867	2626
9	2995		5346	5181	4281	6193
10	2588		5428	5182	4369	6023
11	1538		2611	2436	2066	2904
12	2835		5336	4803	4243	5795
13	1711		3643	3491	2818	3661
14	892		1868	1771	1290	2069
15	1479		2064	2149	1489	2326
16	5960		9969	7914	8564	10817
17	718		3416	2975	3052	3596
18	826		1331	1732	881	1384
19	1784		1754	1204	1751	1791
20	3075		5346	5992	5863	5851
21	3525		5057	4951	4528	5794
5A	1840		870	591	2612	1730

⁽¹⁾ média de três reoetições

continuação...						
Métodos de extração						
CCA	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5	M 6
	Água Destilada	KCl 1 M	CH ₃ COONH ₄ 0.5 M pH ₇	Mehlich-1	HCl 0.1 M	Mehlich-3
Ca (mg kg ⁻¹) ⁽¹⁾						
1	120	427	608	1359	1706	2152
	39	227	492	2024	1946	2352
3	21	172	438	2333	2361	2533
4	14	139	565	2877	2748	2757
5	517	1148	784	2744	2241	1633
6	15	209	386	1216	1300	1770
7	36	239	485	2366	2137	2293
8	24	155	580	2204	2169	2546
9	54	640	1132	3141	3209	3561
10	27	385	877	2610	2739	3104
11	57	340	517	1383	1641	2107
12	28	381	652	2097	2002	2426
13	17	244	979	2671	3184	3566
14	16	143	533	1034	1219	1822
15	111	742	1119	2611	2574	3073
16	244	802	5985	28011	39887	96493
17	49	496	439	921	948	1465
18	46	369	376	1249	1497	1829
19	69	270	395	1230	1517	1642
20	73	488	843	3967	3926	3317
21	28	155	315	803	901	1316
5A	21	92	946	1246	976	1013

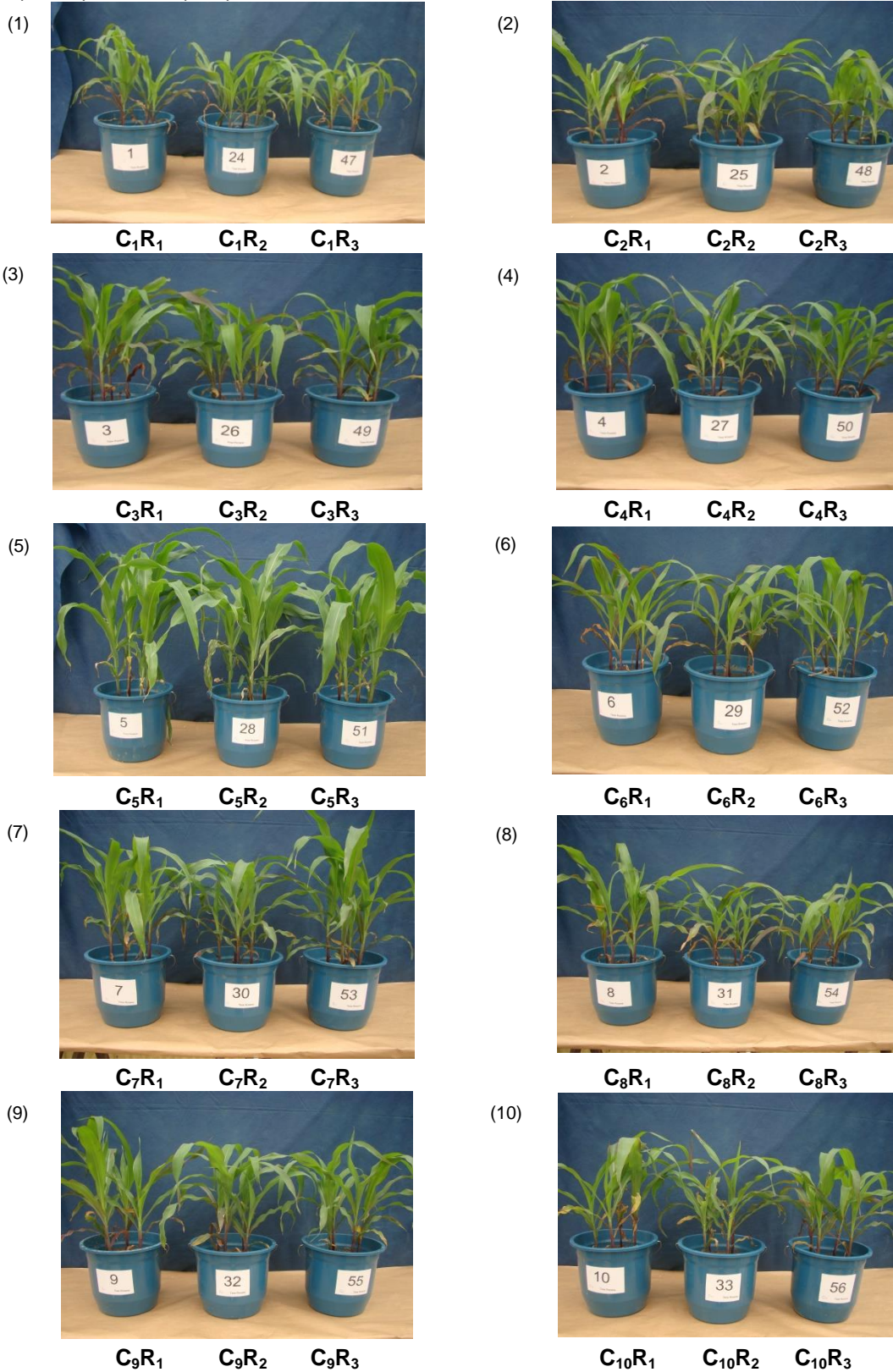
⁽¹⁾ média de três repetições

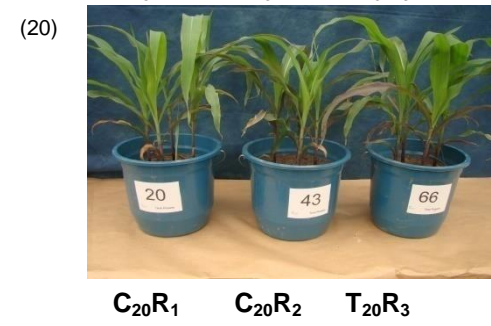
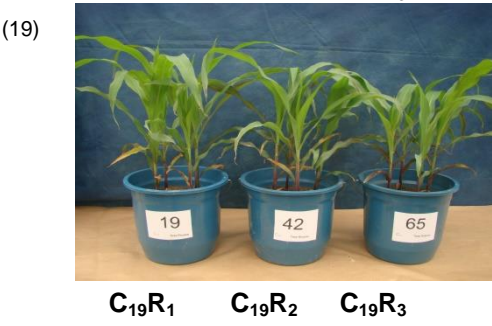
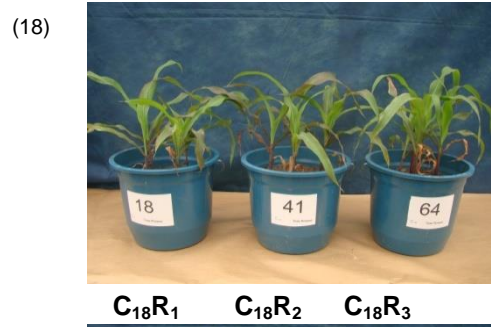
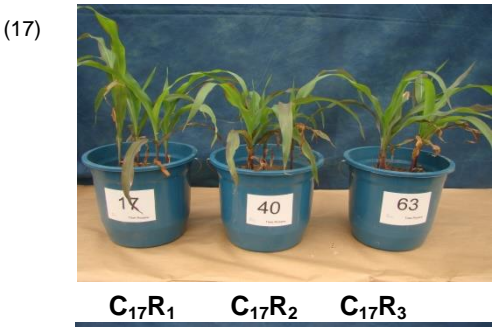
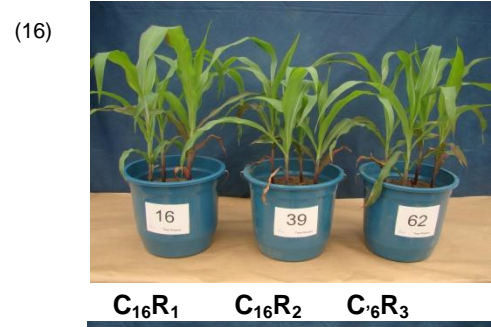
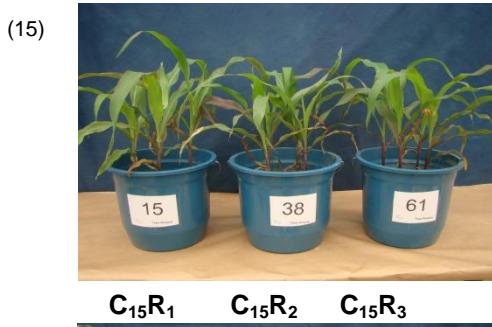
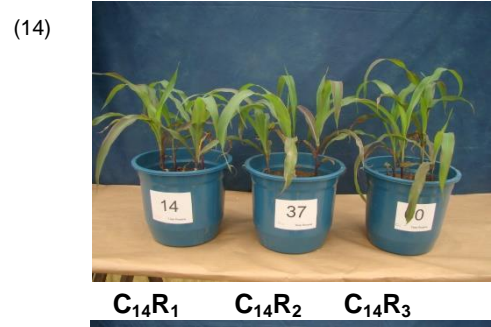
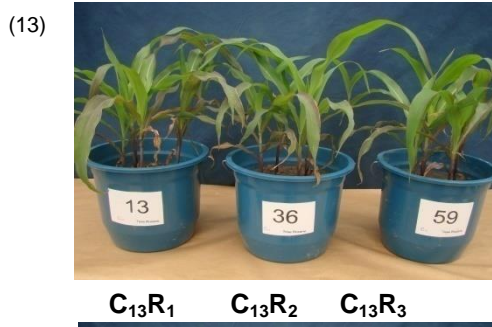
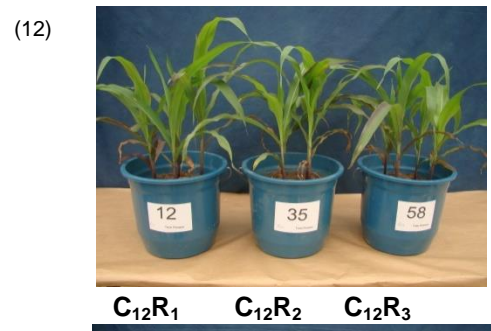
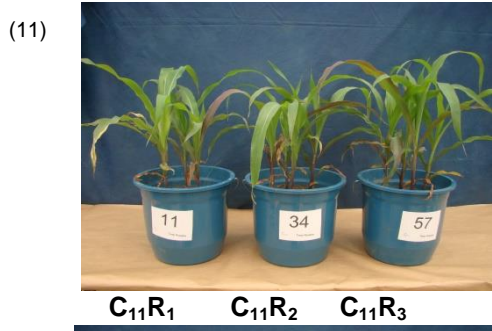
continuação...

CCA	Métodos de extração					
	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5	M 6
	Água Destilada	KCl 1 M	CH ₃ COONH ₄ 0.5 M pH ₇	Mehlich-1	HCl 0.1 M	Mehlich-3
Mg (mg kg ⁻¹) ⁽¹⁾						
1	168	315	287	476	422	564
2	53	266	365	702	663	750
3	43	194	295	735	656	844
4	38	227	326	904	782	873
5	1557	1740	1503	2277	1722	1298
6	42	174	262	639	492	734
7	132	320	616	1030	839	1148
8	35	218	249	481	407	514
9	95	408	800	1363	1254	1398
10	45	285	592	883	753	989
11	121	325	495	838	654	1019
12	86	401	540	900	707	976
13	18	158	306	737	239	970
14	28	111	195	336	290	431
15	152	250	555	830	746	1050
16	232	635	465	6969	6641	3151
17	27	116	144	245	232	313
18	53	177	193	270	273	375
19	133	276	372	753	673	855
20	189	534	724	1036	505	1080
21	62	135	232	387	312	495
5A	164	112	782	283	308	904

⁽¹⁾ média de três repetições

Apêndice 7 – Efeito das 21 CCA incorporadas ao solo no crescimento das plantas, em cada bloco, após 40 dias de cultivo, (C_1 a C_{21}), adubação recomendada (AR_{22}) e solo (S_{23}).





(21)



C₂₁R₁ C₂₁R₂ C₂₁R₃

(22)



AR₂₂R₁ AR₂₂R₂ AR₂₂B₃

(23)



S₂₃R₁ S₂₃R₂ S₂₃R₃
