

Redação do Anexo I proposta pelo Grupo dos Pesquisadores de Solos no GT (Alleoni, Daniel, Germano, Jaime, Marques e Paulo Britto).

## **PROCEDIMENTO PARA O ESTABELECIMENTO DE VALORES DE REFERÊNCIA DE QUALIDADE DE SOLOS.**

### **ANEXO I**

Os valores de referência de qualidade (VRQs) para as substâncias inorgânicas de ocorrência natural no solo são estabelecidos a partir de interpretação estatística dos resultados analíticos obtidos em amostras coletadas nos principais tipos de solo do Estado, conforme as etapas descritas abaixo. A equipe responsável pelo estabelecimento dos VRQs deve possuir conhecimento multidisciplinar adequado ao nível requerido pelos procedimentos de identificação dos tipos de solo, amostragem, análise, interpretação dos dados e demais tarefas inerentes aos objetivos deste Anexo.

#### **1 - Seleção dos tipos de solo**

Identificar os tipos de solo em cada Estado, com base em critérios tais como o material de origem do solo (litologia), relevo e clima, de modo a se obter um conjunto de tipos de solo que representem os compartimentos geomorfológicos/pedológicos/geológicos mais importantes do Estado, do ponto de vista da área de ocorrência geográfica.

#### **2 – Seleção dos atributos**

Os atributos do solo a serem determinados são: carbono orgânico, pH em água, capacidade de troca catiônica (CTC) e teores de argila, silte e areia. Os VRQs serão determinados para as substâncias inorgânicas (atributos) listadas no Anexo II. Considerando as peculiaridades regionais, outros atributos (substâncias inorgânicas e orgânicas e propriedades) poderão ser incluídos.

#### **3 – Coleta de amostras**

##### **3.1 – Pontos de coleta e profundidade**

Para cada compartimento definido no Item 1, escolher pelo menos 30 estações de amostragem com dimensão máxima de 20 ha. As estações devem ser localizadas em trechos sem interferência antropogênica ou com interferência antropogênica desprezível e devem ser distribuídas de modo a representar a área geográfica de ocorrência de cada tipo de solo. A amostra de cada estação será do tipo composta, formada pelas subamostras de dez pontos amostrais, obtidas na profundidade de 0-20 cm. Outras profundidades poderão ser amostradas em função de especificidades regionais. As coordenadas geográficas dos pontos amostrais devem ser anotadas.

##### **3.2 – Procedimentos de coleta**

Utilizar equipamentos de coleta de aço inoxidável ou de material que não altere as características químicas da amostra coletada. Para a coleta de cada subamostra, remover a vegetação e o material grosseiro da superfície do terreno. Para homogeneização e obtenção da amostra final, colocar as subamostras em bandejas, baldes ou sacos plásticos devidamente descontaminados. Utilizar luva descartável e ferramentas não contaminantes para realizar a retirada do solo do amostrador, a homogeneização das subamostras e a retirada de alíquotas da amostra final. Acondicionar as alíquotas em frascos totalmente preenchidos e devidamente identificados. Os frascos devem ser de

material inerte e previamente descontaminados. Em cada estação de amostragem, antes de iniciar os procedimentos de coleta, anotar a data e hora da coleta, as condições de tempo (estio, chuva, etc.) e as características da estação (relevo, vegetação, rochas aflorantes, etc.) e do material de cada subamostra (cor, proporção de finos, proporção de matéria orgânica, umidade, etc.).

Entre as coletas nas diferentes estações, os equipamentos de amostragem devem inicialmente ser lavados abundantemente com água natural de boa qualidade e sabão neutro e depois abundantemente rinsados com água deionizada (ou de qualidade superior), sendo a seguir secados com papel-toalha de cor branca.

Durante o transporte do campo até o laboratório, os frascos deverão ser acondicionados em caixas térmicas com gelo, a  $4^{\circ}\text{C} \pm 2$ . Após o recebimento pelo laboratório, as amostras deverão ser armazenadas em câmara fria, a  $4^{\circ}\text{C}$ , até o momento das análises.

#### **4 – Metodologias analíticas**

Para os procedimentos de extração das substâncias inorgânicas das amostras sólidas, recomenda-se os métodos EPA 3050 ou EPA 3051. Os métodos para obtenção dos teores de argila, silte e areia, pH (em água), CTC e carbono orgânico, devem seguir os procedimentos constantes em EMBRAPA (1997). Na eventualidade de ocorrência natural de hidrocarbonetos aromáticos, deverão ser adotados os seguintes procedimentos de extração: EPA 5021 ou EPA 5035 para monoaromáticos; e EPA 3540, EPA 3546 ou EPA 3550 para poliaromáticos. As determinações analíticas devem seguir as boas práticas de laboratório, com limites de detecção e quantificação compatíveis com a obtenção de VRQs. Os laboratórios envolvidos devem se enquadrar em um programa de controle de qualidade.

#### **5 – Interpretação dos dados e obtenção dos VRQs**

Para o caso de atributos analíticos com todos os seus resultados abaixo do limite de quantificação do respectivo método analítico (LQ), eleger o limite de quantificação como sendo o VRQ do atributo e excluir o parâmetro dos demais procedimentos de interpretação abaixo. Para atributos com mais de 30% de seus resultados abaixo dos respectivos LQs, substituir cada LQ pela metade deste, obter os VRQs a partir dos dados ordenados (vide abaixo) e excluir esses parâmetros dos demais procedimentos estatísticos descritos abaixo. Para parâmetros com até 30% de seus resultados abaixo dos respectivos LQs, substituir cada LQ pela metade deste, definir os VRQs a partir dos dados ordenados (vide abaixo) e mantê-los na matriz dos dados para os demais tratamentos estatísticos descritos abaixo, sem restrições.

A seguir, para cada tipo de solo inicialmente definido, ordenar os dados de cada atributo do menor para o maior e eleger o percentil 90 como o limite superior da flutuação do *background*, o qual vem a ser o VRQ de cada atributo em cada tipo de solo. Embora o passo seguinte (abaixo) possa resultar no agrupamento dos tipos iniciais de solo em um número menor de tipos geoquimicamente/pedoquimicamente mais justificável, esses VRQs para os tipos iniciais de solo devem ser mesmo assim calculados e fazer parte da lista de VRQs a ser produzida.

Na seqüência, comparar entre si a composição dos diferentes tipos de solo inicialmente definidos, com o objetivo de aglomerar tipos semelhantes em um mesmo tipo. Para isso, usar o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis. Com base nos resultados desse teste, caso 30% ou mais dos atributos apresentem diferenças significativas entre os tipos de solo, os diferentes tipos inicialmente definidos não serão combinados em grupos maiores, não havendo portanto necessidade de se definir VRQs além daqueles já definidos no parágrafo anterior. Entretanto, no caso dos tipos iniciais de solo serem

combinados em novos tipos maiores, os VRQs devem ser definidos para esses novos grupos, de acordo com o procedimento citado acima para obtenção do percentil 90 de cada atributo.

Prosseguindo, para cada tipo de solo (inicial ou agrupado), avaliar para cada atributo a normalidade das distribuições de frequência e, onde necessário, realizar transformações dos dados (logaritmo, raiz quadrada, etc.) de modo a alcançar a normalidade das distribuições ou, pelo menos, trazer a assimetria e a curtose para próximo de zero. Para os dados de cada atributo, avaliar também a necessidade de se excluir valores extremos (*outliers*). A seguir, para os dados de cada parâmetro (transformados ou não, a depender) realizar análise de regressão múltipla seqüenciada, considerando como independentes as variáveis CTC, pH e os teores de argila, carbono orgânico, Fe, Mn e Al . Outros atributos analisados poderão também ser avaliados quanto ao seu papel como variável independente na análise de regressão. Para cada um dos demais atributos (variáveis dependentes) e para cada tipo ou grupo de solo, produzir uma equação de regressão linear, a qual modelará a relação de variabilidade entre os diferentes atributos em condições de background.

## **6 – Banco de dados**

Criar um banco de dados para armazenamento e organização das informações obtidas na amostragem e nas determinações analíticas.