



## NÚMERO DE SUBAMOSTRAS PARA A DETERMINAÇÃO DO VALOR DE REFERÊNCIA DE QUALIDADE DE METAIS DE UM LATOSSOLO

**Mara Regina Linck** – linck@upf.br

Universidade de Passo Fundo, Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária  
BR 285, km 171  
99001-970 – Passo Fundo – RS

**Pedro Alexandre Varella Escosteguy** – escosteguy@upf.br

Universidade de Passo Fundo, Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária

**Lucas Brandalize Menezes** - lucas.menezes@upf.br

Universidade de Passo Fundo, Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária

**Resumo:** A legislação brasileira estabelece que dez subamostras ( $n$ ) são necessárias para compor uma amostra de solo, em estudos de determinação do valor de referência de qualidade (VRQ) de metais. Contudo, esse número pode ser insuficiente para representar a distribuição espacial destas substâncias em todos os Latossolos brasileiros. Com o trabalho, objetivou-se verificar se esse número de subamostras é adequado para representar o VRQ de metais de um Latossolo, minimamente antropizado. Vinte amostras simples da camada de 0,0 - 0,20 m foram coletadas, com trado calador, em área de 10 ha. Os teores de Cd, Cr, Cu, Co, Ni, Pb e Zn foram extraídos com o método 3050B e determinados por ICP-OES. Para obter o número adequado de subamostras, considerou-se no máximo 12% de erro (variação) em relação à média do VRQ. Para determinação do VRQ utilizou-se o percentil 75 do universo amostral. O número de subamostras variou com o metal analisado. Para um erro de 10 % em relação à média, variou entre 15 - 20 (Pb), 10 - 15 (Cu, Ni) e 5 - 10 (Cr, Co, Zn). Para um erro de 18%, 5 subamostras são suficientes para estimar o VRQ de todos os metais analisados. O erro a do VRQ associado ao número de subamostras estabelecido pela legislação brasileira foi estimado em 12 %, exceto para o Pb ( $n = 11$ ). Em geral, o número de subamostras recomendado pela legislação brasileira é adequado, para estimar o VRQ dos metais analisados da área do estudo.

**Palavras-chave:** Variabilidade espacial, Amostragem de solo, Atributos químicos.

**Abstract:** According to the Brazilian law ten subsamples ( $n$ ) are required to compose a soil sample in studies to determine the quality reference value (QRV) of metals. However, this number may be insufficient to represent the spatial distribution of these substances in all Brazilian Oxisols. With this work, we aimed to verify if this number of sub-samples is suitable to represent the QRV of metals of an Oxisol, minimally anthropic. Twenty single samples from the 0.0 to 0.20 m layer were collected, by using an auger, in 10 ha area. Cd, Cr, Cu, Co, Ni, Pb and Zn were extracted with the 3050B method and their concentrations were determined by ICP-OES. For the appropriate number of sub-samples, it was considered no more than 12% error (variation) from the average of the QRV. To determine the QRV the 75th percentile of the sample universe was evaluated. The number of subsamples varied with the analyzed metal. For a 10% error, it ranged from 15 - 20 (Pb), 10-15 (Cu, Ni) and 5-10 (Cr, Co, Zn). For an error of 18%, 5 subsamples are sufficient to estimate the QRV of all the metals analyzed. The error of the QRV associated with the number of subsamples established by

*Brazilian legislation was estimated at 12%, except for Pb (n = 11). In general, the number of subsamples recommended by Brazilian legislation is adequate to estimate the QRV of the metals analyzed in the study area.*

**Keywords:** *Spatial variability, soil sampling, chemical attributes.*

## 1. INTRODUÇÃO

Os valores dos atributos químicos estão distribuídos de forma heterogênea em um solo, cuja variabilidade horizontal e vertical depende dos fatores de formação e do manejo do solo (SOUZA et al., 2001). A heterogeneidade é uma característica intrínseca dos solos, porém o cultivo agrícola, ou outro uso do solo, resulta em alterações, aumentando ainda mais a variabilidade dos atributos (SANTOS et al., 2006). O conhecimento da variabilidade dos atributos do solo constitui-se numa importante ferramenta para o planejamento de pesquisa em campo (CAVALCANTE et al., 2007). Entender as características e as consequências da variabilidade espacial dos atributos do solo é uma preocupação antiga dos cientistas. Sabe-se que esta variabilidade ocorre em função de vários fatores, como: diferentes classes de solo, manejo do solo e das plantas, cultivar, processos erosivos, relevo, entre outros (SKORUP et al., 2012; BOTTEGA et al., 2013). O conhecimento espacial dos atributos do solo e dos metais em determinada área também é importante para a avaliação da qualidade ambiental. Esse conhecimento possibilita definir a intensidade de amostragem do solo, para sua caracterização química, o que possibilita reduzir o erro padrão da média, maximizar a eficiência da amostragem e reduzir os custos desta atividade (CORÁ et al., 2004).

Conhecendo o padrão de variabilidade das características químicas do solo pode-se definir o número mínimo de amostras simples, para formar uma amostra composta representativa da área (OLIVEIRA et al., 2002), que depende ainda do erro admitido em torno da média, determinado a partir da estatística clássica.

Segundo McBratney & Webster (1983), pode-se determinar os valores médios das características químicas do solo, a partir da análise de várias amostras simples, coletadas em uma área homogênea. As estimativas do número de observações, necessárias para este fim, têm sido, geralmente, baseadas na teoria da amostragem clássica, que considera a dependência espacial dos atributos avaliados. Em estudos de variabilidade espacial de atributos químicos do solo, tradicionalmente, é utilizada a estatística clássica, enquanto que, mais recentemente, a geoestatística. A estatística clássica assume que as variações que ocorrem no solo têm uma distribuição espacial aleatória, ou seja, os teores dos atributos químicos avaliados em um solo tem distribuição normal. Quando isso ocorre, a média e o coeficiente de variação são indicadores adequados a esses estudos. Assim, o número adequado (n) de subamostras a serem coletadas para formar a amostra representativa de uma gleba (amostra composta) varia conforme a natureza e a magnitude da variabilidade e os limites requeridos de inferência estatística. Estes limites são definidos pela probabilidade de erro (confiabilidade) e pelo erro  $e$ , em relação à média.

Estudos mostram que, em Latossolos, independentes do histórico de manejo, há mais variabilidade de atributos químicos e físicos em áreas com relevo côncavo e convexas do que em áreas planas (SOUZA et al., 2003; 2004). Isso implica maior número de subamostras naquelas áreas (GROENIGEN et al., 1999).

Carvalho & Fadigas (2011) determinaram o número de subamostras de solo a serem coletadas para o estudo de atributos físicos e químicos em um Latossolo Amarelo distrocoeso argissólico, originado de sedimentos da Formação Barreiras, em Conceição do Almeida (BA). Os autores concluíram que até 30 subamostras são suficientes para representar uma amostra composta, dentro dos limites de precisão estabelecidos na pesquisa, exceto para o cálcio e a soma dos cátions trocáveis de reação básica. Já o número de subamostras para representar a média dos metais variou pouco, em relação aos demais atributos analisados. Para a variação de 10%, em relação ao valor da média dos metais Cu, Fe, Cd, Ni, Pb, Co, Mo, Mn e Zn, estes autores relatam que, aproximadamente, 20 subamostras, foram necessárias, tanto em camadas de 0-0,20 m, como em subsuperfície.

Recentemente, a legislação ambiental brasileira estabeleceu que a interpretação da concentração de algumas substâncias químicas, em solos com suspeita de contaminação, seja efetuada com base em Valores Orientadores de Referência (BRASIL, 2009), os quais variam com o grau de

contaminação do solo. Em solos sem ação antrópica, os teores naturais das substâncias químicas, como os metais, caracterizam o que essa Legislação denominou de Valor de Referência de Qualidade (VRQ). Por outro lado, em solos contaminados, o limite máximo aceitável dos teores de metais varia com o valor de referência, utilizado para a interpretação. Quando o grau de contaminação é baixo, o limite máximo aceitável é estabelecido pelos valores de referência de intervenção. Já em solos com maior grau de contaminação, o limite máximo aceitável é estabelecido pelos valores de investigação. Os teores de metais em solos que caracterizam estes dois últimos valores de referência já foram estabelecidos no Brasil, quando da Resolução CONAMA 420/2009 (BRASIL, 2009). Esta resolução não estabeleceu os VRQ, transferindo esta competência para os órgãos estaduais ambientais. Isso se deve as diferenças regionais dos solos dos diferentes estados brasileiros e ao desconhecimento dos valores naturais de metais de solos de vários estados, pois poucos até o momento estabeleceram os VRQ. Estes valores têm sido obtidos com a análise do teor de metais de amostras de solos, coletadas, na camada de 0,0-0,2 m, em áreas não antropizadas. O teor destas substâncias é extraído por método de análise química pré-definido pelo CONAMA e a amostra de cada estação de amostragem será do tipo composta, formada por subamostras de 10 pontos amostrais. Isso preocupa, pois diferentes fatores pedogenéticos podem influenciar a composição mineralógica e os valores dos atributos químicos, resultando em diferentes distribuições espaciais dos teores de metais do solo (BAIZE & STERCKEMAN, 2001). Isto, por sua vez, pode afetar o VRQ dos metais no solo, pois esses são determinados extraído-se do solo a forma ambientalmente disponível dos metais (teor pseudo-total), que é influenciado pelos constituintes e os valores de certos atributos químicos do solo. Nesse sentido, conforme o tamanho da área amostral, a variação espacial de um determinado metal no solo e pode demandar maior ou menor intensidade de pontos de amostragem. Assim, o número de subamostras deve ser ajustado à variabilidade da área, possibilitando que a média do metal analisado seja representada de forma adequada pelas amostras coletadas. Com o trabalho, objetivou-se verificar se esse número de subamostras é adequado para representar o VRQ de metais de um Latossolo, minimamente antropizado.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

A geologia da área de estudo é formada por uma sucessão de pacotes de rochas vulcânicas, originadas do magma resfriado na superfície da crosta terrestre. A rocha de origem do solo da área é o basalto, da Formação Serra Geral (STRECK et al., 2008). A vegetação predominante da área eram as espécies de *Baccharis* sp, *Eragrostis plana* e *Pteridium aquilinum*. O clima da região em que a área de estudo se localiza corresponde ao tipo subtropical úmido (Cfa) da classificação de Köppen (MORENO, 1961). A temperatura média anual é 17,5 °C e a precipitação pluvial anual é de 1.785 mm (EMBRAPA TRIGO, 2010).

Amostras de um Latossolo Vermelho distrófico húmico foram coletadas em uma área de 10,1 ha, com campo natural, no município de Mato Castelhano (28° 15' 11,5" S e 52° 14' 49,7" W), Rio Grande do Sul, em maio de 2015. A altitude média desta área é de 725 m acima do nível do mar.

As principais características físico-químicas do solo constam na Tabela 1.

Tabela 1- Valores médios de pH em H<sub>2</sub>O, do índice SMP, das frações texturais, do teor e matéria orgânica (MO) e de óxido de ferro (extração com ditionito citrato de sódio) de um Latossolo Vermelho distrófico húmico (0,0 – 0,2 m). Média de vinte subamostras.

pH H <sub>2</sub> O	SMP	Argila (%)	Silte (%)	Areia (%)	% MO <sup>1</sup>	gFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kg <sup>-1</sup> solo
4,67	4,51	34,5	12,6	52,9	3,69	39,75

<sup>1</sup> %C x 1,72.

As amostras de solo foram coletadas em 20 pontos, distantes 25 m entre eles e distribuídos de forma aleatória na área. Para a amostragem, a área foi percorrida em caminhamento zigzague. As amostras foram coletadas na camada de 0,0 - 0,2 m, utilizando trado calador, confeccionado com aço inox. Após a coleta, as amostras foram secadas ao ar e em estufa (45 °C, 48 horas), peneiradas em peneira de plástico e moídas em gral de ágata. Posteriormente, as amostras foram analisadas para determinação do valor do pH em água e do índice SMP, do teor de carbono

orgânico, conforme Tedesco et al. (1995). Além disso, foi realizada a extração dos metais (Cd, Co, Ni, Cu, Pb, Cr, Mo e Zn), em duplicata, utilizando o método 3050B (USEPA, 1996). A análise destas substâncias foi com espectrometria de emissão em plasma de acoplamento indutivo (ICP-OES), utilizando um ICP Perkin Elmer, modelo Optima 8300.

Com os resultados dos teores de metais dos 20 pontos amostrados, foram estabelecidos os VRQ, com base no percentil 75 ou quartil superior do universo amostral, retiradas previamente as anomalias. Os VRQ foram utilizados para determinar o número de subamostras necessárias para representar a média destes valores dos metais da área de estudo. Para tal, calculou-se o número de subamostras assumindo diferentes percentuais de erro (10, 12, 14, 16, 18%), utilizando a equação abaixo (CLINE, 1944):

$$n = [(t\alpha \cdot CV) / e]^2 \quad (1)$$

em que:  $n$  é o número médio de subamostras;  $CV$  é o coeficiente de variação;  $t\alpha$  é o valor do teste  $t$  de Student, correspondente a 5% de probabilidade de erro e ao número de graus de liberdade do quadrado médio residual e  $e$  é o erro admitido em torno da média, que variou entre 10 a 18%. Quando o valor de um atributo do solo segue a distribuição normal e as amostras são independentes, pode-se identificar o número de amostras necessário em futuras amostragens, utilizando a equação (1), para obter uma previsão do erro em relação a média, com um determinado nível de probabilidade de erro (SANTOS & VASCONCELOS, 1987), que no trabalho foi de 5%. O número de subamostras associado aos diferentes erros utilizados para simular variação em relação à média do VRQ foi comparado com o estabelecido pela legislação brasileira ( $n=10$ ). O erro de até 12% em relação a média foi assumido como aceitável, pois os resultados foram obtidos de amostras coletadas somente em uma área e esta tem tamanho relativamente pequeno (10 ha), considerando a extensão territorial dos Latossolos na região do estudo. Assim, assumiu-se um valor de erro relativamente baixo (< 20%).

A distribuição normal dos resultados foi avaliada pelo teste de D'Agostino-Pearson ( $p < 0,05$ ), utilizando o programa estatístico CoStat versão 6.400 (CoHort, 2009). Foram calculados os coeficientes de correlação de Pearson, para avaliar a associação entre os teores dos metais e os teores de argila, areia, silte e de matéria orgânica, além do valor do pH em água do solo.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O teste de normalidade indicou que somente os teores de Cd não seguiram a distribuição normal, embora as tentativas de transformação dos valores utilizando as seguintes possibilidades ( $x$  = valor observado):  $\log x$ ;  $x + 1$ ;  $x + 10$  e  $x + 100$ ; raiz quadrada destes três últimos valores e de  $x$  e raiz cúbica, além de seno de  $x$ . Mesmo assim, os teores de Cd foram utilizados para o cálculo do VRQ e este para o cálculo do número de subamostras ( $n$ ). Contudo, os resultados obtidos com a análise deste metal não foram considerados definitivos e sua distribuição espacial será estudada em futuro trabalho, aplicando geoestatística.

Os VRQ médios dos metais analisados variaram de 0,08 mg kg<sup>-1</sup> (Cd) a 53,87 mg kg<sup>-1</sup> (Co). Os menores valores foram os de Cd e Ni (0,08 e 2,54 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente), enquanto que os maiores foram os de Co (53,87 mg kg<sup>-1</sup>) e os de Zn e Cu (44,02 e 31,94 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente), (Tabela 2). Os VRQ de Cd e de Pb da área em estudo foram semelhantes aos VRQ dos solos de Minas Gerais (MG) e de Rio Grande do Norte (RN).

Em nosso trabalho, os VRQs de todos os metais analisados foram menores que os VRQs dos solos derivados de rochas vulcânicas do estado do RS (Tabela 2). Como mostram os valores desta tabela, o VRQ de Cd, Ni, Pb e Cr também foram menores que os VRQ estabelecidos para solos do estado de MG. Por outro lado, os VRQ de Co, Cu e Zn obtidos no trabalho foram maiores ao deste estado. Comparando-se os VRQ da área de estudo com os do estado do RN, constata-se que apenas os VRQ de Ni e de Cr foram menores, enquanto que os demais valores foram maiores que os estabelecidos para este estado. Essas diferenças se devem as variações naturais entre solos de distintos estados e a variação entre tipo de solos derivados de um mesmo tipo de material de origem, já que esse não é o único fator que atua na formação de um solo (STRECK et al., 2008) e, conseqüente, no teor ambientalmente disponível dos metais. Em MG, predominam solos profundos e altamente intemperizados, como Latossolos e Argissolos, que representam 65% da área deste estado. Essas duas

classes de solo também ocorrem em RN, mas os VRQ deste estado abrangem outras classes de solos, como Argissolos, Cambissolos, Espodossolos, Luvisolos e Neossolos. Como o grau de intemperismo destes solos é menor que os de Latossolos e Argissolos, isso pode ter influenciado os VRQ, além das diferenças de material de origem.

Tabela 2 – Valores de referência de qualidade (VRQ) e de alguns parâmetros estatísticos da camada de 0,0 – 0,2 m de um Latossolo Vermelho distrófico húmico (área de estudo), VRQ de solos derivados de rochas vulcânicas do Rio Grande do Sul (RS) e dos estados de Minas Gerais (MG) e de Rio Grande do Norte (RN).

	Cd	Ni	Cr	Pb	Cu	Zn	Co
	.....mg kg <sup>-1</sup> .....						
Área de estudo <sup>1</sup>	0,08	2,54	9,55	13,87	31,94	44,02	53,87
RS <sup>2</sup>	0,59	47,00	94,00	36,00	203,00	120,00	75,00
MG <sup>3</sup>	1,01	23,04	86,59	15,80	13,22	31,04	17,50
RN <sup>4</sup>	0,07	14,01	23,04	10,99	9,40	17,98	10,59
Média <sup>5</sup>	0,07	2,04	8,00	11,88	26,54	36,79	46,52
Mediana <sup>5</sup>	0,076	1,96	8,09	10,54	25,76	37,09	46,75
Desvio Padrão <sup>5</sup>	0,014	0,56	1,63	3,16	6,71	5,84	8,56
Mínimo <sup>5</sup>	0,04	0,79	3,61	9,38	17,90	17,75	34,54
Máximo <sup>5</sup>	0,09	3,09	10,25	20,69	41,49	47,04	61,66

1: VRQs estabelecidos com base no percentil 75 do universo amostral.

2: VRQ Portaria 85/2014 Fepam/RS (2014).

3: VRQ estado de Minas Gerais, Copam (2011).

4: VRQ estado Rio Grande do Norte, Preston et al. (2014).

5: Média dos teores pseudo-totais de 20 subamostras da área de estudo, exceto o Cd (doze subamostras).

Os valores do número de subamostras, calculados para representar a média do VRQ dos metais analisados, e a variação percentual em relação à média (erro) indicaram maior variabilidade espacial do Pb e do Cu, no solo avaliado. Com um erro de 10 %, em relação à média, o número de subamostras destes dois metais variou de 13 a 16. Esse valor é maior que o obtido com os outros metais (Zn, Co, Cr e Ni), cujo número de subamostras associadas a esse percentual de erro variou de 5,3 a 11,2 (Figura 1; Tabela 3).

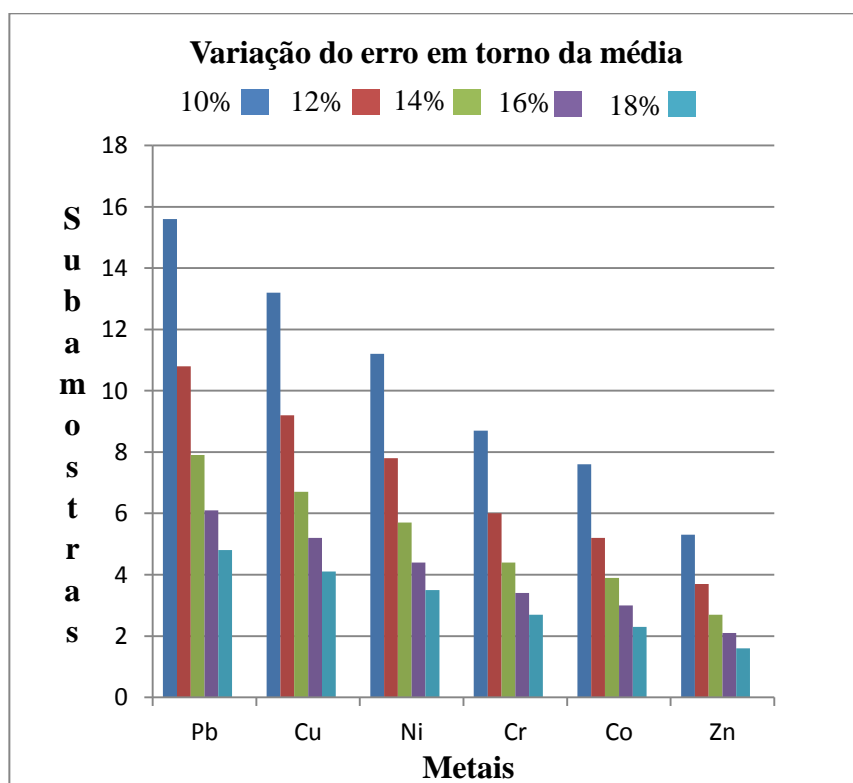
Tabela 3 – Variação do erro em relação a média e número de subamostras estimadas para determinar os valores naturais de referência de cádmio (Cd), chumbo (Pb), cobre (Cu), níquel (Ni), cromo (Cr), cobalto (Co) e zinco (Zn) da camada de 0,0 - 0,2 m de um Latossolo Vermelho distrófico húmico. Mato Castelhanos, RS.

Metal	Erro (%)				
	10	12	14	16	18
	.....Número de subamostras.....				
Cd	26,4	18,4	13,5	10,3	8,2
Pb	15,6	10,8	7,9	6,1	4,8
Cu	13,2	9,2	6,7	5,2	4,1
Ni	11,2	7,8	5,7	4,4	3,5
Cr	8,7	6,0	4,4	3,4	2,7
Co	7,6	5,2	3,9	3,0	2,3
Zn	5,3	3,7	2,7	2,1	1,6

Os resultados da Tabela 3 indicam que, a partir de um erro 18%, menos que 5 subamostras são necessárias para representar a média do VRQ dos metais analisados, exceto o VRQ do Cd. Em geral, este número de subamostras também foi obtido no trabalho de Carvalho & Fadigas (2011), em amostras coletadas na camada de 0,0 - 0,2 m de um solo não antropizado (Latosolo Amarelo distrocoeso argissólico), da Bahia (Sedimentos da formação Barreiras). Já para um erro de 10

% em relação a média, estes autores concluíram que o número de subamostras deve ser aproximadamente 20. Esse número de subamostras é semelhante ao que constatamos para o Ni (11,2), Pb e o Cu (15,6 e 13,2, respectivamente), mas também poderia ser utilizado para os outros metais analisados (Cr, Co, e Zn), pois a demanda de subamostras associada a este percentual de erro foi menor que 10 (Figura 1; Tabela 3). Para um erro em relação a média de 12%, o número de subamostras é o recomendado pela legislação brasileira (n = 10), exceto para o Pb (n = 11).

Figura 1. Número de subamostras estimadas para representar os valores de referência de qualidade de chumbo (Pb), cobre (Cu), níquel (Ni), cromo (Cr), cobalto (Co) e zinco (Zn), da camada de 0,0 - 0,2 m de um Latossolo Vermelho distrófico húmico. Mato Castelhana, RS.



As correlações calculadas entre os VRQ dos metais e os atributos físico-químicos do solo mostram que somente os valores dos coeficientes de correlação entre os VRQ de Pb e de Cr e os teores de argila (0,72 e 0,70, respectivamente), ou entre os VRQ de Pb e de silte (-0,71), ou de Cr e o teor de areia (-0,50) indicaram um grau forte de associação entre estas variáveis, não tendo associação de grau médio ou forte com as demais correlações calculadas (Tabela 4).

Tabela 4 – Correlações entre atributos do solo e VRQ de metais

Metal (mg kg <sup>-1</sup> )	pH	MO <sup>1</sup>	Argila	Areia	Silte
Pb	-0,06	0,31	0,72	0,10	-0,71
Cu	0,34	0,30	0,21	-0,24	0,10
Cd	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Co	-0,09	0,38	0,06	-0,27	-0,36
Ni	0,23	0,44	0,29	-0,02	-0,22
Cr	0,21	0,30	0,70	-0,50	-0,02

1: Matéria orgânica.

A maior correlação observada entre os teores de argila e os teores de Pb e de Cr deve estar relacionada a maior adsorção deste metais em compostos inorgânicos, predominantes nas frações argilas, como argilominerais, óxidos e hidróxidos metálicos, além da adsorção na matéria orgânica do

solo (BRADL, 2004), que também predomina nesta fração textural. Correlação positiva entre o teor de argila e o de Pb também foi constatado por Zimdahl (1977). Este autor constatou também correlação entre o teor de argila e o acúmulo de carbono orgânico, sugerindo fortemente que a matéria orgânica também influencia o teor de Pb.

De acordo com Goulart Júnior (1987), a correlação entre a proporção de argila e a concentração de metais no solo é notável. Correlações positivas foram encontradas entre os teores de argila e os níveis de cromo, chumbo, zinco e molibdênio (SOUZA, 1996).

Bertoncini & Mattiazzo (1999) atribuem a imobilidade do Cr em solos à sua presença na forma trivalente ( $\text{Cr}^{3+}$ ), que pode precipitar como hidróxidos de fórmulas genéricas  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  ou  $\text{Fe}_x\text{Cr}_{1-x}(\text{OH})_3$  em meio alcalino ou pouco ácido, ser complexado junto a moléculas orgânicas pouco solúveis ou adsorvido à superfície dos minerais.

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados indicam que o número de subamostras ( $n = 10$ ), recomendado pela legislação brasileira, é adequado para determinar os valores de referência de qualidade dos metais da área do estudo, pois está associado a um erro de 12 %. Isso poderia ser também assumido para o Pb, cujo número de subamostras associado a este erro foi 10,8, ou seja, muito próximo do recomendado pela legislação. Admitindo um erro de 18 % em relação à média, o número de subamostras pode ser menor do que 5, em estudos dos valores de referência de qualidade de todos os metais analisados na área investigada. Esse número de subamostras possibilita reduzir o tempo de amostragem de solo, tornando menos onerosa esta etapa de avaliação ambiental. Embora os resultados da análise de Cd do solo não possibilitaram calcular o número de subamostras, devido à distribuição não normal dos valores, o número de subamostras desse metal foi maior que os demais, mas isso deve ser confirmado em futuros trabalhos.

O número de subamostras para estudos de determinação do valor de referência de qualidade varia com o metal analisado. De forma geral, esse número é menor para o Co e o Zn, aumenta um pouco para Ni e Cr e é maior para o Cu, Pb.

#### 5. REFERÊNCIAS

- BAIZE, D. & STERCKEMAN, T. Of the necessity of knowledge of the natural pedogeochemical background content in the evaluation of the contamination of soils by trace elements. **Sci. Total Environ.**, 264:127-139, 2001.
- BERTONCINI, E. I.; MATTIAZZO, M.E. Mobilidade de metais pesados em solos tratados com lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 23, n. 3, p.737-744, 1999.
- BOTTEGA, E. L.; QUEIROZ, D. M.; CARVALHO PINTO, F. A.; SOUZA, C. M. A. Variabilidade espacial de atributos do solo em sistema de semeadura direta com rotação de culturas no cerrado brasileiro. **Revista Ciência Agronômica**, v. 44, p. 1-9, 2013.
- BRADL, H. B. Adsorption of heavy metal ions on soils and soils constituents. **Journal of Colloid and Interface Science**, 277, 1–18, 2004.
- BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA. **Resolução nº 420/2009**. Disponível em < <http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm.htm> > Acesso em 18 de outubro 2013.
- CARVALHO, S. R. L.; VALAS BOAS, G. S.; FADIGAS, F. S. Variabilidade espacial de atributos físicos e químicos em solos originados nos sedimentos da formação barreiras. **Cadernos de Geociências**, v. 7, n. 2, novembro 2010.
- CARVALHO, S. R. L. & FADIGAS, F. S. Número de amostras para o estudo de atributos físicos e químicos em Latossolos originados nos sedimentos da Formação Barreiras. **Textura**, v. 4, n. 8, p. 175-184, 2011.
- COHORT SOFTWARES. **Free trial version of CoStat 6.4**. Monterrey. Disponível em <<http://www.cohort.com>>. 2016. Acesso em: 05/05/2016.
- COPAM/CERH. **Deliberação Normativa COPAM nº 166**, de 29 de junho de 2011; 2011. p. 2–7 [Brasil].

CORÁ, J. E.; ARAÚJO, A. V.; PEREIRA, G. T. & BERALDO, J. M. G. Variabilidade espacial de atributos do solo para adoção do sistema de Agricultura de Precisão na cultura da Cana-de-Açúcar. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 28, n. 6, 1013-1022, 2004.

CLINE, M. G. Principles of soil sampling. **Soil Science**, Baltimore, v. 58, p. 275-288, 1944.

EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 2. ed. Rio de Janeiro, Embrapa Solos, 306p. 2006.

FUNDAÇÃO ESTADUAL DE PROTEÇÃO AMBIENTAL HENRIQUE LUIZ ROESSLER/RS - FEPAM. **Portaria 85/2014**. Dispõe sobre o estabelecimento de Valores de Referência de Qualidade (VRQ) dos solos para 09 (nove) elementos químicos naturalmente presentes nas diferentes províncias geomorfológicas/geológicas do Estado do Rio Grande do Sul.

GOULART JÚNIOR, J. L. B. **Estudo geoquímico orientativo: distribuição de metais traços em solos sobre mineralizações hidrotermais, da seqüência Contendas Mirante (Bahia-Brasil)**. 1987. 179p. (Dissertação de Mestrado) - Universidade Federal da Bahia.

GROENIGEN, van J.W. et al. Constrained optimisation of soil sampling for minimization of the kriging variance. **Geoderma**, v.87, n.3-4, p.239-259, 1999.

McBRATNEY, A. B.; WEBSTER, R. How many observations are needed for regional estimation of soil properties? **Soil Science**. March 1983.

MORENO, J. A. **Clima do Rio Grande do Sul**. Porto Alegre: Secretaria da Agricultura, Diretoria de Terras e Colonização, Seção de Geografia, 46p. 1961.

OLIVEIRA, F. H. T.; NOVAIS, R. F.; ALVAREZ V., V. H.; CANTARUTTI, R. B. & BARROS, N. F. Fertilidade do solo no sistema plantio direto. In: **Tópicos em Ciência do Solo, II**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2002.

PRESTON, W.; NASCIMENTO, W. A.; BIONDI, C. M.; SOUZA JÚNIOR, V. S.; SILVA, W. R.; FERREIRA, H. A. Valores de Referência de Qualidade para metais pesados em solos do Rio Grande do Norte. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 38, n. 3, 1028-1037, 2014.

SANTOS, H. L. & VASCONCELOS, C. A. Determinação do número de amostras de solo para análise química em diferentes condições de manejo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 11, n. 2 97-100, 1987.

SANTOS, M. L.; CARVALHO, M. P.; RAPASSI, R. M. A.; MURAISHI, C. T.; MALLER, A.; MATOS, F. A. Correlação linear e espacial entre produtividade de milho e atributos físicos de um Latossolo Vermelho distroférrico sob plantio direto do cerrado brasileiro. **Acta Sci. Agron.**, v. 28, n. 3, p.313-321, 2006.

SOUZA, M. L. P. Levantamento preliminar dos teores de metais pesados em alguns solos do Paraná. **Revista Sanare**, v. 5, n. 5, p. 68-75, 1996.

SOUZA Z. M.; SILVA, M. L. S.; GUIMARÃES, D. T. S.; CARVALHO, M. P.; PEREIRA, G. T. Variabilidade espacial de atributos físicos em um Latossolo Vermelho distrófico sob semeadura direta em Selvíria (MS). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 25, n. 3, p.699-707, 2001.

SOUZA, C.K et al. Influência do relevo na variação anisotrópica dos atributos químicos e granulométricos de uma latossolo em Jaboticabal-SP. **Engenharia Agrícola**, v.23, n.3, p.486-495, 2003.

SOUZA, Z. M.; MARQUES JÚNIOR, J.; PEREIRA, G. T.; BENTO, M. J. C. Variabilidade espacial de atributos físicos de um Latossolo Vermelho sob cultivo de cana-de-açúcar. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola Ambiental**, v. 8, n. 1, p.51-58, 2004.

SKORUP, A. L. A.; GUILHERME, L. R. G.; CURI, N.; SILVA, C. P. C.; SCOLFORO, J. R. S.; MELO MARQUES, J. J. G. S. Propriedades de solos sob vegetação nativa em Minas Gerais: distribuição por fitofisionomia, hidrografia e variabilidade espacial. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 36, n. 1, p. 11-22, 2012.

STRECK, E.V.; KÄMPF, N.; DALMOLIN, R.S.D.; KLAMT, E.; NASCIMENTO, P.C.; SCHNEIDER, P.; GIASSON, E.; PINTO, L. F. S. **Solos do Rio Grande do Sul**. 2.ed. rev. e ampl. Porto Alegre: Emater/RS, 222p. 2008.

TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S. J. **Análise de solo, plantas e outras matérias**. 2ª edição revisada e ampliada, Porto Alegre: Departamento de Solos da UFRGS, 174 p. (Boletim Técnico no 5), 1995.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY – USEPA. **Method 3050 B**. 1996. Disponível em: [http://www.epa.gov/SW\\_846/pdfs/3050b.pdf](http://www.epa.gov/SW_846/pdfs/3050b.pdf). Acesso em: 4 out. 2013.



ZIMDAHL, R. L.; SKOGERBOE R. K. Behavior of lead in soil. **Environmental Science & Technology**. v. 11, n. 13, 1202-1207, 1977.