

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS RURAIS
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DO SOLO

AMANDA ROMEIRO ALVES

**MICROESTRUTURA DE UM ARGISSOLO COM APLICAÇÕES DE
BIOCHAR DE ARROZ E SOJA**

Santa Maria, RS
2019

Amanda Romeiro Alves

**MICROESTRUTURA DE UM ARGISSOLO COM APLICAÇÕES DE
BIOCHAR DE ARROZ E SOJA**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Ciência do Solo, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do título de **Mestre em Ciência do Solo**.

Orientador: Prof. Dr José Miguel Reichert

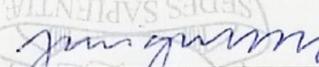
Santa Maria, RS
2019

Amanda Romeiro Alves

**MICROESTRUTURA DE UM ARGISSOLO COM APLICAÇÕES DE
BIOCHAR DE ARROZ E DE SOJA**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Ciência do Solo, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do título de **Mestre em Ciência do Solo**.

Aprovado em 25 de fevereiro de 2019:



José Miguel Reichert, Dr (UFSM)
(Presidente/Orientador)



Dörthe Holthusen, Dr (UFSM)



David Peres da Rosa, Dr (IF-RS)

Santa Maria, RS
2019

Alves, Amanda Romeiro Alves
Microestrutura de um Argissolo com aplicações de
biochar de arroz e de soja / Amanda Romeiro Alves Alves.
2019.
98 p.; 30 cm

Orientador: José Miguel Reichert Reichert
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Maria, Centro de Ciências Rurais, Programa de Pós
Graduação em Ciência do Solo, RS, 2019

1. Mecânica do solo 2. Reometria 3. Solos
intemperizados 4. Adição de materiais orgânicos 5. Stress
oscilatório I. Reichert, José Miguel Reichert II. Título.

Sistema de geração automática de ficha catalográfica da UFSM. Dados fornecidos pelo autor(a). Sob supervisão da Direção da Divisão de Processos Técnicos da Biblioteca Central. Bibliotecária responsável Paula Schoenfeldt Patta CRB 10/1728.

© 2019

Todos os direitos autorais reservados a Amanda Romeiro Alves. A reprodução de partes ou do todo deste trabalho só poderá ser feita mediante a citação da fonte.

Endereço: Universidade Federal de Santa Maria/Centro de Ciências Rurais/Departamento de Solos/Av. Roraima, n. 1000, Cidade Universitária, Camobi, Santa Maria, RS, 97105-900

Fone/Fax (055) 3220-8108; E-mail: romeiroalves@gmail.com.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a todas as mulheres, que lutam todos dias para conquistar o seu espaço no mundo, seja em casa, nas ruas ou no trabalho. Nós podemos, GIRL POWER!

AGRADECIMENTOS

A realização deste trabalho não ocorreria sem a ajuda de pessoas muito especiais, a elas deixo o meu sincero obrigada:

À minha família, meus pais e avós amados, que são minha fortaleza!

Ao meu orientador, pelos ensinamentos e oportunidade de trabalhar com a física do solo;

À Dörthe Holthusen, pelos preciosos ensinamentos, pela ajuda na execução e escrita do trabalho. Te admiro muito!

Ao Qamar e o professor Leandro, por compartilhar os experimentos para a realização deste trabalho;

Ao Alan Batistão, pela ajuda com os ensaios no reômetro;

Aos meus amigos do Lab, que todos os dias estão ali, seja para rir (MUITO), ajudar ou trabalhar!! É um prazer trabalhar, me divertir, e as vezes chorar com vocês!!

À minha amiga e colega de apartamento, Mayara, por me ajudar e me tolerar nos dias ruins!!

À todas as pessoas maravilhosas que conheci nesse Rio Grande, que me acolheram!!

Ao técnico de Laboratório, Fonte pela ajuda com materiais e equipamentos, e também pelos lanches da tarde maravilhosos... bolos, cucas;

Aos funcionários que trabalham na UFSM, pela simpatia e dedicação!

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, por todos os ensinamentos e auxílios durante as disciplinas e construção desse trabalho;

A CAPES, pelo apoio financeiro.

“O solo sempre me fascinou, porque do solo dependem as plantas, a água, o clima. Tudo está interligado. Não existe ser humano sadio se o solo não for sadio e as plantas bem nutridas”

Ana Maria Primavesi

RESUMO

MICROESTRUTURA DE UM ARGISSOLO COM APLICAÇÕES DE BIOCHAR DE ARROZ E SOJA

AUTORA: Amanda Romeiro Alves
ORIENTADOR: José Miguel Reichert

A adição de compostos orgânicos no solo, causam diferentes efeitos na sua estrutura, seja em macro ou em microescala. Mas, a extensão desses efeitos está estreitamente relacionada a estrutura molecular do material orgânico adicionado e da mineralogia do solo. O uso de biochar tem sido reportado como promissor, dentre os vários usos, destaca-se o de condicionador de solo, melhorando as condições físicas e químicas do solo para o crescimento e desenvolvimento de plantas. Mas poucas pesquisas abordam os efeitos do biochar no comportamento mecânico do solo, sobretudo os efeitos em solos mais intemperizados em escala de partículas. Em nosso, estudo abordamos os impactos causados pela adição de biochar na estabilidade e resiliência da microestrutura de um solo intemperizado, usando como ferramenta de estudo a reometria. Assim, foram realizados dois estudos, em um Typic Hapludult, com diferentes objetivos: i) Investigar se há efeitos estruturais, sob cisalhamento oscilatório, da adição de diferentes biochares em solo intemperizado, a curto prazo; ii) e se há efeitos na resiliência e estabilidade da microestrutura de um solo intemperizado, após cultivo sucessivo com adição de biochar. Os estudos foram realizados na Universidade Federal de Santa Maria, dois tipos de biochar foram testados em ambos os estudos: Biochar proveniente de palha de arroz e de soja. No estudo I, foi realizada a incubação em caixas plásticas do Typic Hapludult, com biochar incorporado, na dose de 10 t ha⁻¹. A umidade foi mantida constante, e após 15, 30, 45 e 60 dias de instalação do experimento em laboratório, foram coletadas amostras de solo indeformadas, para a condução do teste de varredura de amplitude, com deformação controlada, e análises das propriedades químicas do solo. O Estudo II, foi conduzido em casa de vegetação, com o uso de cilindros com solo (estrutura preservada), foram realizados dois cultivos (Trigo/Soja), com aplicação de biochar na superfície, duas doses e dois tipos de biochar foram aplicados. Após o fim dos cultivos, foram coletadas amostras deformadas em diferentes camadas de solo, e realizados testes de varredura de amplitude, testes de tixotropia e análises das propriedades químicas do solo. A partir dos testes de varredura de amplitude, foram obtidas as propriedades reológicas que caracterizam a degradação da rigidez e elasticidade da microestrutura do solo. Nossos resultados indicaram que as propriedades reológicas de cisalhamento e de viscoelasticidade foram afetadas pela adição de biochar no solo. No estudo I, as propriedades de cisalhamento foram alteradas, e reduzidas pela adição de biochar, independentemente do tipo aplicado. Por sua vez, as propriedades de viscoelasticidade não foram alteradas pela adição de biochar. No estudo II, o biochar, independentemente da quantidade ou tipo aplicado no solo, reduziu a viscoelasticidade da estrutura, como mostrado pelas propriedades de viscoelasticidade, que diminuíram significativamente. Os efeitos do biochar ficaram restritos a camada superficial, uma vez que, não foi incorporado no solo. Nossos resultados sugerem que o biochar afeta a interação entre as partículas, enfraquecendo o contato entre argila-argila, assim, enfraquecendo a coesão do solo, e a sua rigidez e viscoelasticidade microestrutural. No que diz respeito a resiliência e a resistência do solo a altas deformações, observamos que, a adição de biochar, independentemente de quantidade e tipo, não afeta a resiliência, mas reduz a resistência do solo. Ambos estudos, indicaram que o biochar afeta o comportamento mecânico do Typic Hapludult, sob tensões oscilatórias. A resistência ao cisalhamento (Estudo I), e a viscoelasticidade (Estudo II) foram reduzidas após a aplicação de biochar no solo. Mas, destacamos que ainda são necessários mais estudos, envolvendo mais tipos de biochar, maior resolução temporal, mais repetições no campo e maior controle da força normal nos testes de varredura de amplitude.

Palavras chave: Reometria, solo intemperizado, materiais orgânicos, tensões oscilatórias.

ABSTRACT

MICROSTRUCTURE OF A HAPLUDULT WITH BIOCHARS APLICATIONS

AUTHOR: AMANDA ROMEIRO ALVES

ADVISOR: JOSÉ MIGUEL REICHERT

The addition of organic compounds to the soil causes different effects on its structure, either at the macro or microscale. But the extent of these effects is closely related to the molecular structure of the added organic material and soil mineralogy. The use of biochar has been reported as promising. Among several uses, most known is as a soil conditioner, improving soil physical and chemical conditions for plant growth and development. However, few studies have dealt with the effects of biochar on soil mechanical behavior, especially the effects on more weathered soils on a particle scale. In this study, the impacts caused by the addition of biochar on the stability and resilience of the microstructure of a weathered soil were investigated, using rheometry as a tool. Thus, two studies were carried out in a Typic Hapludult with different objectives: i) To investigate if there are structural effects, under oscillatory shear, of the addition of different biochar's in weathered soil, in the short term; ii) and if there are effects on the resilience and stability of the microstructure of a weathered soil, after successive cultivation with addition of biochar. The studies were conducted at the Federal University of Santa Maria and two types of biochar were tested in both studies: Biochar from rice straw and soybean. In study I, the incubation was performed in plastic boxes, with biochar being incorporated in the dose of 10 t ha^{-1} . The moisture content was maintained constant, and after 15, 30, 45 and 60 days of incubation, disturbed soil samples were collected for conduction of the amplitude sweep test with controlled deformation and analyses of the chemical properties. Study II was conducted in a greenhouse, with the use of cylinders with soil (preserved structure), two crops (wheat/soybean) were grown, with application of biochar on the surface, in two doses and two types of biochar. After the harvest of the cultures, deformed samples were collected in different soil layers, and amplitude sweep tests, thixotropy tests and analyses of the chemical properties of the soil were performed. From the amplitude sweep tests, the rheological properties that characterize the degradation of the stiffness and elasticity of the soil microstructure were obtained. The results indicated that the rheological properties of shear and viscoelasticity were affected by the addition of biochar in the soil. In study I, the shear properties were altered, and reduced by the addition of biochar, regardless of the biochar type. In turn, the properties of viscoelasticity were not altered by the addition of biochar. In study II, regardless of the amount or type applied to the soil, biochar reduced the viscoelasticity of the structure. The different effects on shear properties and viscoelasticity in studies I and II are probably the result of different time of contact with biochar (2 vs 6 months), and of the additional effects of the cultures, soil - plant relationship. The impacts of biochar in study II were restricted to the superficial layer, since, the biochar was not incorporated in the soil. The results suggest that biochar affects the interaction between the particles, weakening the mineral particles contact, thus weakening the cohesion of the soil, its stiffness and microstructural viscoelasticity. Regarding the resilience and the resistance of the soil to high strain, we observed that the addition of biochar, independently of quantity and type, did not affect the resilience, but it reduced the resistance of the soil. Both studies indicated that biochar affects the mechanical behavior of a Typic Hapludult under oscillatory stress. The shear strength (study I) and the viscoelasticity (study II) were reduced after application of biochar in the soil. However, further studies are needed, involving more types of biochar, higher temporal resolution, more field repetitions, and greater control of normal force in amplitude sweep tests.

Keywords: Rheometry, weathered soils, organic materials, oscillatory stress.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

ESTADO DA ARTE

Figura 2.1- Forças entre partículas no solo: a) Forças de interpartículas de atração; b) Forças de interpartículas de repulsão.	22
Figura 2.2- Interação entre minerais, íons, matéria orgânica e biochar.....	26
Figura 2.3- Testes oscilatórios realizados em um reômetro modular compacto, modelo de placas paralelas.	31
Figura 2.4- Comportamento de substâncias viscoelásticas: a deformação e a tensão resultante em função do tempo estão em uma mesma frequência, mas ocorre um deslocamento entre as duas curvas, caracterizado pelo ângulo de deslocamento de fase δ	31
Figura 2.5- a) Resultados do teste de varredura de amplitude (TVA) com deformação controlada e b) parâmetros reológicos calculados a partir dos dados da curva obtida no TVA	33

ESTUDO I

Figura 3.1- Experimento de incubação: Organização das unidades experimentais no laboratório.	42
Figura 3.2- Preparo das amostras para condução do teste de varredura de amplitude. A) amostra sobre a placa inferior. B) amostra retirada do anel. C) corte horizontal, altura de 4 mm. D) e E) retirada do excesso de solo circundante. F) amostra ajustada entre as placas paralelas antes do teste de varredura de amplitude.....	45
Figura 3.3- Deformação no final do intervalo viscoelástico linear (γ LVE) e tensão de cisalhamento no final do intervalo viscoelástico linear (τ LVE) de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.....	47
Figura 3.4- Tensão máxima de cisalhamento (τ max) e deformação no ponto de escoamento (γ YP) de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.	48
Figura 3.5- Módulo de armazenamento no início do teste de varredura de amplitude (G' inicial) e integral z de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.....	49
Figure 3.6- Tensão máxima de cisalhamento (τ max) em função da força normal no início do teste de varredura de amplitude de um Typic Hapludult.	52
Figura 3.7- a) Evolução de carbono na forma de C-CO ₂ e b) carbono mineralizado (%) avaliados em um Typic Hapludult durante 50 dias de incubação com diferentes tipos de biochar.....	53

ESTUDO II

Figura 4.1 - Preparação, condução e coleta de amostras no experimento II.	66
--	----

Figura 4.2– Relação entre o modulo de armazenamento(G') e o tempo durante a condução do teste de tixotropia. 1) aplicação de uma baixa deformação (0.001%); 2) aplicação de uma alta deformação (0.1%), em um curto período (decréscimo da rigidez microestrutural); 3) aplicação de uma baixa deformação, recuperação da estrutura da amostra após stress.	65
Figura 4.3– Tensão máxima de cisalhamento (τ max) de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.....	69
Figura 4.4– Deformação no fim do intervalo viscoelástico linear (γ LVE) de um Typic Hapludult com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.....	70
Figura 4.5– Integral z de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.....	71
Figura 4.6– Deformação no ponto de escoamento (γ YP) de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.....	72
Figura 4.7– Modulo de armazenamento no início do teste de varredura de amplitude de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.....	73
Figura 4.8– Perda de rigidez (%) de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress.....	77
Figura 4.9– Resistência de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress oscilatório.....	78
Figure 4.10– Resiliência de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress oscilatório.....	79

LISTA DE TABELAS

ESTADO DA ARTE

Tabela 2.1- Principais usos e aplicações dos diferentes biochares.....	25
Tabela 2.2- Investigações relacionadas ao efeito do conteúdo de carbono orgânico no solo e presença de compostos orgânicos, no comportamento mecânico do solo sob tensões de cisalhamento oscilatórias em microescala.	35

ESTUDO I

Tabela 3.1- Propriedades físico-químicas do horizonte superficial de um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult)	41
Tabela 3.2- Propriedades físico-químicas dos diferentes biochares produzidos no Departamento de Solos.....	42
Tabela 3.3- Configurações recomendadas para o teste de varredura da amplitude com deformação controlada.	44
Tabela 3.4- Coeficientes de variação e valor de p obtidos para as propriedades reológicas de um Typic Hapludult incubado com biochar.....	46
Tabela 3.5- Propriedades químicas de um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult) com e sem adição de biochar, em dependência do tempo de incubação.....	50
Tabela 3.6- Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades reológicas, propriedades químicas e força normal, avaliadas ao longo do tempo em um Argissolo Vermelho-amarelo com e sem adição de biochar.....	51

ESTUDO II

Tabela 4.1- Coeficientes de variação e valores de p obtidos para as propriedades reológicas de um Typic Hapludult cultivado com e sem aplicação de biochar.....	68
Tabela 4.2- Propriedades químicas do Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult) nas unidades experimentais após cultivos sucessivos com biochar em casa de vegetação.....	74
Tabela 4.3- Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades reológicas, propriedades químicas e força normal no início dos testes de varredura da amplitude.....	75
Tabela 4.4- Coeficientes de variação e valor de p, das propriedades reológicas obtidas nos testes de resiliência.....	80
Tabela 4.5- Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades químicas e propriedades reológicas obtidas nos testes de resiliência.....	81

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. ESTADO DA ARTE	17
2.1 ESTRUTURA DO SOLO	17
2.1.1 A fase sólida como fundamento para a agregação: Caracterização dos minerais	18
2.1.2 Mecanismos de interação entre as partículas	19
2.2 BIOCHAR: CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E IMPACTOS NO SOLO ..	23
2.2.1 Características físico-químicas e usos	23
2.2.2 Impactos no solo	25
2.3 REOMETRIA: APLICAÇÕES NA CIÊNCIA DO SOLO	28
2.3.1 Comportamento de fluxo e deformação dos materiais	28
2.3.2 Teste de varredura de amplitude e parâmetros reológicos	30
2.3.3 Tixotropia do solo	36
3. ESTUDO I – ALTERAÇÕES MICROESTRUTURAIS SOB TENSÕES OSCILATÓRIAS DE UM SOLO TROPICAL INCUBADO COM BIOCHAR	38
3.1 INTRODUÇÃO	40
3.2 MATERIAL E MÉTODOS	41
3.2.1 Design experimental e tratamentos	41
3.2.2 Análises de solo	43
3.2.3 Análises estatísticas	45
3.3 RESULTADOS	46
3.4 DISCUSSÃO	53
3.4.1 Efeito do biochar e tempo de incubação	54
3.4.2 Mudanças nas propriedades reológicas de cisalhamento e viscoelasticidade	55
3.4.3 Interações com propriedades químicas do solo	57
3.5 CONCLUSÕES	58

4. ESTUDO 2 - MUDANÇAS MICROESTRUTURAIS E TIXOTROPIA DE UM SOLO TROPICAL COM BIOCHAR SOB CULTIVOS SUCESSIVOS.....	62
4.1 INTRODUÇÃO	64
4.2 MATERIAL E MÉTODOS	65
4.2.1 Design experimental e tratamentos	65
4.2.2 Análises de solo.....	66
4.2.3 Análises estatísticas	69
4.3 RESULTADOS.....	70
4.3.1 Testes de varredura de amplitude	70
4.3.2 Testes de resiliência.....	79
4.4 DISCUSSÃO	84
4.4.1 Influência do biochar nas propriedades reológicas de cisalhamento e viscoelasticidade do solo	85
4.4.2 Testes de Tixotropia.....	87
4.4.3 Mudanças nas propriedades químicas e efeitos na estabilidade e resiliência da microestrutura.....	89
4.5 CONCLUSÕES	89
5. DISCUSSÃO GERAL.....	93
6. CONCLUSÕES GERAIS.....	95
REFERÊNCIAS	96

1. INTRODUÇÃO

A incorporação de materiais orgânicos no solo e seus efeitos na estrutura do solo é um tema muito investigado na ciência do solo. Os efeitos na escala de agregados provam que a composição química do material adicionado é muito importante no papel de agente estabilizante da estrutura do solo (SARKER et al. 2018). Materiais compostos por carbonos aromáticos são mais estáveis no solo, e pouco contribuem para a estabilidade de agregados. Em relação aos materiais lábeis, como polissacarídeos, têm rápido e forte efeito estabilizante de agregados, entretanto, esse efeito é rápido (ABIVEN et al. 2009; SARKER et al. 2018). Pesquisas recentes em microescala indicam que, a estrutura molecular dos materiais orgânicos adicionados e a mineralogia do solo, são fatores chaves na dinâmica de interação entre composto orgânico e minerais no solo, e estabilidade microestrutural sob tensões oscilatórias (BARRÉ e HALLETT, 2009).

O biochar é um material resultante da conversão termodinâmica de biomassas de origem vegetal ou animal (ZHANG et al. 2019). As características físico-químicas do biochar fazem, desse material, um condicionador do solo, como tem sido reportado na literatura (SHAABAN et al. 2018; JIEN et al. 2019; ZHANG et al. 2019). Quando incorporados ao solo, o biochar pode aumentar a disponibilidade de água para as plantas, a capacidade de troca de cátions, o espaço poroso, e reduzir a toxidez de alumínio, a densidade do solo (SHAABAN et al. 2018; JIEN et al. 2019). A extensão dos impactos da adição de biochar nas propriedades físicas do solo, depende da granulometria e mineralogia do solo, e da quantidade e tipo de biochar adicionado. Entretanto, poucas pesquisas reportam os impactos do biochar no comportamento mecânico do solo, seja em macro, seja em microescala (BLANCO- CANQUI, 2017). Em macroescala, há indícios que o biochar reduz a resistência mecânica do solo, além de reduzir a coesão, tanto em solos mais intemperizados, como em solos com minerais expansíveis (ZONG et al. 2014; 2015). Em microescala, Ajayi et al. (2016), observaram que, as forças de ligação entre as partículas minerais foram intensamente afetadas pela adição de biochar de madeira, o qual amentou a estabilidade microestrutural de um Calcic Gleysol (rico em minerais expansíveis), sob tensões de cisalhamento oscilatórias. No entanto, permanecem questionamentos abertos.

A estabilidade microestrutural do solo, sob tensões cisalhantes oscilatórias (como ocorre no tráfego de máquinas e animais) é influenciada pela mineralogia (MARKGRAF et al., 2007; PÉRTILE et al 2018); forma e rugosidade das partículas (MARKGRAF, 2006); conteúdo de água (PÉRTILE, 2015); atividade de íons na solução (HOLTHUSEN et al., 2010); e matéria orgânica (MARKGRAF et al., 2011).

Assim, objetivou-se com este estudo avaliar os impactos causados pela adição de biochar na estabilidade e resiliência da microestrutura de um solo intemperizado. O estudo foi dividido em dois experimentos, com diferentes objetivos: i) Investigar se há efeitos estruturais, sob cisalhamento oscilatório, da adição de diferentes biochares em solo intemperizado (Estudo I); ii) e se há efeitos na resiliência e estabilidade da microestrutura de um solo intemperizado, após cultivo sucessivo com adição de biochar (Estudo II).

2. ESTADO DA ARTE

O comportamento mecânico do solo está estreitamente associado a composição e organização da fração sólida do solo (MITCHELL; SOGA, 2005). A atuação das forças entre as partículas e os compostos orgânicos são fundamentais para estabilidade da estrutura, seja em macro ou microescala (nível de partícula) (MARKGRAF, 2006; BAUMGARTEN, 2013). Nas próximas seções serão apresentados conceitos iniciais e mecanismos de interação entre as partículas, e compostos orgânicos que afetam o comportamento mecânico do solo em microescala. Também serão abordados fundamentos teóricos da reometria como ferramenta nos estudos de resiliência e estabilidade microestrutural do solo sob tensões de cisalhamento transientes em microescala.

2.1 ESTRUTURA DO SOLO

O solo é composto por partículas sólidas com diferentes características físico-químicas, e a organização dessas partículas no solo é referido como estrutura (HILLEL, 1998). Os fluxos de ar e água, bem como o comportamento mecânico do solo, dependem da organização, das características e das forças entre as partículas da fração sólida (MITCHELL; SOGA, 2005; HILLEL, 1998). Assim, a estrutura está profundamente relacionada com a funcionalidade e

capacidade do solo sustentar o desenvolvimento dos organismos, como plantas, fungos, bactérias (HILLEL, 1998; BAUMGARTEN, 2013).

A formação da estrutura do solo é um processo dependente da composição granulométrica da fase sólida. Em solos compostos essencialmente de partículas maiores, como areia, a estrutura é formada por grãos simples, há pouca tendência de união dessas partículas para formação de agregados (HILLEL, 1998). No entanto, a presença de argila na fração sólida devido as suas propriedades de superfície, possibilita a aproximação e união das partículas, formando unidades estruturais maiores chamadas de agregados. É importante destacar que a floculação das argilas é uma condição necessária, mas não suficiente para a agregação, há outros fatores que são também fundamentais nesse processo (SUMNER, 1991; HILLEL, 1998). As condições que favorecem a agregação estão ligadas à presença de compostos orgânicos, ao conteúdo de água, íons, pH, processos de expansão e contração, além da ação de macro e microrganismos no solo (TISDALL; OADES, 1984; SUMNER, 1991; SIX et al., 2004; DÖRNER, 2010; HILLEL, 1998).

A relativa importância dos agentes ligantes para formação e estabilidade de agregados varia conforme a escala da estrutura do solo (OADES, 1993). Em macroescala a formação e estabilidade dos agregados está mais associada à presença de raízes, hifas unindo grandes unidades, como uma “rede” ou “teia”. Enquanto, em microescala os processos de floculação, bem como a presença de íons e compostos orgânico liberados por raízes, microrganismos são os principais fatores envolvidos na agregação (TISDALL; OADES, 1984).

2.1.1 A fase sólida como fundamento para a agregação: Caracterização dos minerais

Antes de abordar os mecanismos e forças de interação entre as partículas, é necessário compreender que as partículas minerais que compõe o solo, possuem diferentes características físico-químicas, e conseqüentemente afetam de maneira distinta o comportamento do solo (BERGAYA e LAGALY, 2013; HILLEL, 1998). As frações areia e silte são compostas principalmente de minerais silicatos primários como micas, feldspatos, quartzo (ESSINGTON, 2005). Enquanto a composição da fração argila é principalmente de filossilicatos secundários, formados por reações de intemperismo simples ou complexas envolvendo silicatos primários ou alguns filossilicatos secundários (ESSINGTON, 2005).

Os argilominerais ou filossilicatos são classificados hierarquicamente baseados na proporção entre camadas de tetraedros de sílica e octaedros de alumínio (ESSINGTON, 2005), os dois principais grupos são os argilominerais do tipo 1:1 e 2:1.

Os argilominerais do tipo 1:1 (um tetraedro de silício: um octaedro de alumínio), possuem pouca expressão de substituição isomórfica, as cargas na superfície do mineral são oriundas da protonação e deprotonação dos grupos silanol e aluminol nas arestas, ou seja, a origem das cargas é variável de acordo com o pH, força iônica na solução do solo. Além disso os argilominerais 1:1, representados pela caulinita, não são expansíveis e apresentam pouca superfície específica. Exibem pouca plasticidade, coesão e expansão (ESSINGTON, 2005; BERGAYA; LAGALY, 2013; HILLEL, 1998).

Na classe dos minerais 2:1 (dois tetraedros de silício: um octaedro de alumínio) tem-se os grupos das micas, esmectitas, dentro do grupo das esmectitas os principais minerais são a montmorinolita e a vermiculita (ESSINGTON, 2005). Como principais características, a montmorinolita e vermiculita, possuem substituição isomórfica em sua estrutura, distinguindo entre as duas o local da substituição. As cargas na superfície são originadas da substituição isomórfica e não são dependentes da condição do meio (força iônica e pH). Ambas exibem expansividade, porém, a montmorinolita é mais expansível, além disso, há alta plasticidade, coesão e superfície específica nesses minerais. As cargas predominantes na superfície são negativas (ESSINGTON, 2005; BERGAYA; LAGALY, 2013; HILLEL, 1998).

Outros minerais que constituem a fração argila são os óxidos, hidróxidos de ferro e alumínio. Esses são minerais não silicatados, muito intemperizados, como características apresentam predominância de cargas positivas em condições normais de pH observados no solo. As cargas são oriundas da protonação e deprotonação dos grupos funcionais de superfície (ESSINGTON, 2005; HILLEL, 1998). Os oxi(hidróxidos) de ferro e alumínio são importantes na agregação do solo, por formarem fortes complexos com compostos orgânicos e inorgânicos (superfície dos minerais silicatados) (SUMNER, 1991; ESSINGTON, 2005; DEXTER, 2008).

2.1.2 Mecanismos de interação entre as partículas

Para um entendimento dos mecanismos de interação entre as partículas minerais e entre partículas minerais, íons, água e compostos orgânicos, é necessário conhecer o comportamento

coloidal das argilas e suas implicações para essas interações. Esses mecanismos estão envolvidos nos processos de floculação e dispersão, formação e estabilidade da estrutura do solo, e conseqüentemente no comportamento mecânico do solo (MITCHELL e SOGA, 2005).

As partículas da fração argila possuem propriedades coloidais e as suas superfícies são compostas por grupos funcionais, e estes podem ter residuais de carga negativa ou positiva (ESSINGTON, 2005, SPOSITO, 2008). O residual de carga na superfície das partículas gera um potencial eletroquímico, e cátions e ânions são atraídos para próximo da partícula carregada, alguns íons tem mais afinidade com a partícula e se aproximam de tal maneira, que ocorre uma ligação química (com troca de ligantes) (MITCHELL e SOGA, 2005; ESSINGTON, 2005; SPOSITO, 2008). Os íons que se ligam quimicamente aos grupos funcionais da partícula, formam um complexo de esfera interna, e estes estão localizados na camada de Stern (SPOSITO, 2008). Os demais íons que são atraídos eletrostaticamente para próximo da partícula, formam um complexo de esfera externa, e estão localizados na camada difusa (SPOSITO, 2008). O potencial elétrico gerado pelas cargas na superfície da partícula, decresce linearmente até a camada de Stern, e decresce exponencialmente com a distância da partícula, na camada difusa (BAUMGARTEN, 2013).

Existem várias teorias para descrever as propriedades de superfície das partículas e adsorção de íons, como as teorias de dupla camada difusa, e de Derjaguin and Landau (1941) and Verwey and Overbeek (1948), chamado DLVO model (BAUMGARTEN, 2013). Ainda há a proposição de um modelo com múltiplas camadas, por Güven (1992), que inclui as modificações de todos os modelos citados anteriormente. As forças de atração e repulsão que ajudam a entender o comportamento de floculação e dispersão, são compreendidas por meio destes modelos, teorias (BAUMGARTEM, 2013).

A floculação e dispersão de argilas são governadas por forças de atração e repulsão presentes na dupla camada difusa (SUMNER, 1991). A principal força repulsiva entre as argilas, é resultante das cargas semelhantes dos íons que circundam as partículas (born repulsion) (MITCHELL e SOGA, 2005; HILLEL, 1998). A repulsão é maximizada quando a espessura dupla camada difusa é aumentada, isso ocorre, quando a concentração de eletrólitos na solução do solo é baixa, quando os íons predominantes são monovalentes, como o Na^+ (HILLEL, 1998).

Em superfícies com cargas variáveis (Caulinita, óxidos de Fe e Al) a espessura da dupla camada difusa, e conseqüentemente a tendência de partículas com cargas similares se repelirem, é dependente do pH, da concentração e valência dos íons na solução (SUMMER, 1991). Em condições de baixo pH, os grupos funcionais nas superfícies dos minerais 1:1 e óxidos, tornam-se positivamente carregados, resultando em interações Coulombicas entre as partículas, do tipo borda-face, o que transmite um certo grau de rigidez no sistema (SUMMER, 1991). O balanço entre as forças de repulsão e de atração é reversível e pode mudar sob certas circunstâncias (HILLEL, 1998).

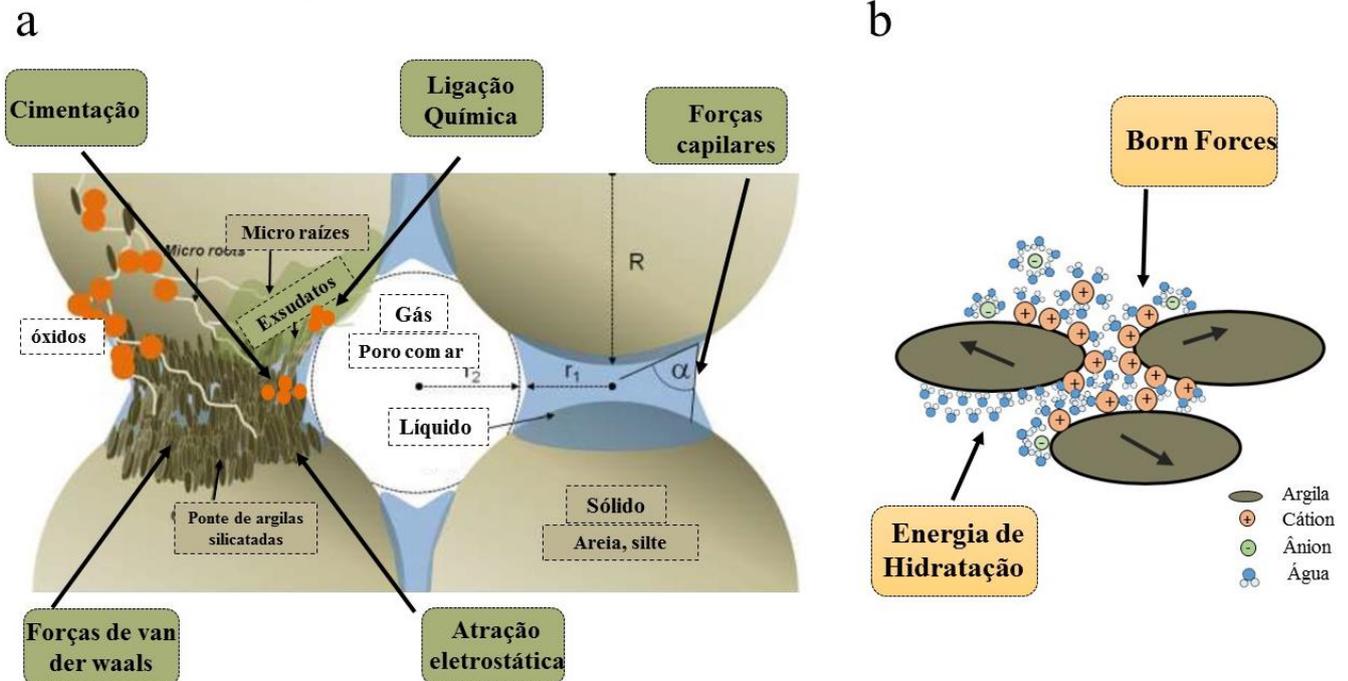
Os mecanismos de interação apresentados anteriormente, são importantes na flocculação das argilas. Por sua vez, a associação entre partículas nos agregados envolve interação entre partículas elementares, como, grãos associados individualmente e unidades compostas por grãos de areia e silte, partículas de argila flocculada, e poros preenchidos por água e ar (MARKGRAF, 2006). Em sistemas mais densos, outras forças de interação também se tornam importantes, pois influenciam as tensões entre grãos e a força de contato entre as partículas, que controlam a resistência do solo contra compressão (MITCHELL e SOGA, 2005). As forças entre partículas em microescala podem ser separadas em três categorias, segundo Santamarina (2003): a) *Skeletal forces*, derivadas de aplicação de tensões externas; b) *Particle level forces*, peso da partícula e forças hidrodinâmicas estão incluídas; c) *Contact level forces*, incluem forças elétricas, forças capilares que se manifestam em condições de solo não saturado, e forças de cimentação.

Na figura 2.1, estão ilustradas as forças de interpartículas, conforme descrito por Mitchell e Soga (2005). As forças de repulsão, são: forças eletrostáticas (Repulsão de Born), que ocorrem devido a sobreposição de íons de carga semelhante entre as partículas, forças de repulsão resultante das camadas de hidratação dos íons e da superfície da partícula. Dentre as forças de atração, estão as forças de Van der Waals; forças devido a ligação química entre partícula e íons próximos, compostos orgânicos; forças de cimentação resultante da interação entre precipitados (calcita, óxidos, compostos orgânicos) e as partículas; e forças capilares, que são resultados da pressão negativa que a água exerce nos poros, quando o solo começa a secar, aproximando as partículas (MITCHELL e SOGA, 2005).

Em resumo pode-se destacar, como apresentado por Baumgarten (2013), cinco mecanismos de ligação, que em conjunto com as forças capilares, são responsáveis e afetam a

coesão efetiva entre as partículas no solo: A) atração entre as partículas minerais (argila) (por forças de Van der Waals, atração eletrostática entre partículas de cargas opostas); B) Partículas minerais (argila) e matéria orgânica (por ponte de cátions); C) Partículas minerais e (hidr)óxidos (interação do tipo borda-face); D) matéria orgânica e (hidr)óxidos (ligação química, com troca de ligantes – complexos organominerais); E) forças repulsivas entre minerais de argila carregados (forças de Born, repulsão elétrica devido a dupla camada difusa).

Figura 2.1 Forças entre partículas no solo: a) Forças de interpartículas de atração; b) Forças de interpartículas de repulsão.



Fonte: Adaptado de Baumgarten (2013) e Mitchell e Soga (2005)

Os grãos de quartzo unidos ao silte e argila, podem ser estabilizados por partículas de argila orientada, como observado na Figura 1a, por coloides orgânicos (compostos orgânicos, como polissacarídeos) (HILLEL, 1998). A relativa importância de cada mecanismo na união das partículas e a formação de agregados, depende da escala da estrutura do solo (TISDALL e OADES, 1984). Assim, as forças de Van der Waals, atração coulombicas, formação de complexos organominerais, são muito importantes em agregados menores que $2\mu\text{m}$, ou seja em microescala (TISDALL e OADES, 1984).

2.2 BIOCHAR: CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E IMPACTOS NO SOLO

2.2.1 Características físico-químicas e usos

O biochar é um material rico em carbono, resultado da conversão termo-química de biomassas (palha de arroz, esterco de bovinos, suínos, etc.) (STEINER et al. 2016; SHAABAN et al. 2018; ZHANG et al. 2019). Uma das principais técnicas termodinâmicas de fabricação de biochar é a pirólise, na qual os compostos orgânicos sofrem combustão a uma ajustada temperatura, em uma atmosfera limitada de oxigênio (BLANCO-CANQUI, 2017; ZHANG et al. 2019). O biochar é composto em maior proporção por carbono e cinzas, porém, há outros elementos químicos que compõem o biochar, além de diferentes propriedades físicas, dependendo: a) da matéria prima utilizada; b) temperatura de fabricação; c) taxa de aquecimento; d) tempo de aquecimento (JIEN et al. 2019; ZHANG et al. 2019).

A temperatura e a taxa de aquecimento de fabricação do biochar estão relacionadas as propriedades físico-químicas, como hidrofobicidade, tamanho de partículas, área superficial específica, persistência no solo (JIEN et al. 2019). Assim, o conhecimento da composição da matéria prima e dos métodos utilizados na fabricação do biochar, é muito importante, pois isso está diretamente relacionado ao comportamento do biochar no solo, e sua interação com as partículas minerais.

Os materiais vegetais contêm em maioria celulose, hemicelulose, lignina, e estas são convertidas em diferentes taxas e mecanismos, em outros compostos durante a fabricação do biochar (ZHANG et al. 2019). No processo de pirólise, estes compostos podem ser convertidos em moléculas com muitos grupos aromáticos em sua composição (ZHANG et al. 2019). Biochar produzido por pirólise em altas temperaturas (>400° C) possui menor conteúdo de nutrientes, capacidade de troca de cátions, e mais grupos aromáticos e alcalinidade (JIEN et al. 2019; ZHANG et al. (2019). No entanto, a proporção de poros menores e a área superficial do biochar aumentou com o incremento da temperatura de fabricação (BROW et al. 2006; JIEN et al. 2019). Os microporos contribuem mais para área superficial das partículas de biochar (JIEN et al. 2019). A área superficial específica do biochar é muito importante, pois está relacionada a retenção de água e nutrientes (STEINER et al. 2016).

A estabilidade do biochar no solo está principalmente relacionada a composição desse, ou seja, da composição da matéria prima e temperatura na fabricação (STEINER et al. 2016, ZHANG et al. 2019). Os tipos de biochar com maiores conteúdos de C, com grupos aromáticos e alkil são mais persistentes, recalcitrantes, enquanto o biochar com mais heteroátomos em sua composição, é mais reativo no solo e menos persistente (STEINER et al. 2016). Outro fator importante é a granulometria do biochar, pois a área superficial, distribuição de poros, condutividade elétrica e a presença de grupos funcionais oxigenados, são muito variáveis com o tamanho de partículas do biochar (HE et al. 2018). Todas essas propriedades, muito variáveis entre os tipos de biochar, afetam a interação com a biota do solo, e também com os minerais e íons no solo.

Em relação ao uso de biochar, estudos indicam boas perspectivas, pois o custo é relativamente baixo, dependendo da matéria prima e do processo de fabricação utilizado, além disso, a alta área superficial específica com grupos funcionais reativos, e a porosidade do biochar, permitem várias aplicações de uso (ZHANG et al. 2019). O biochar pode ser empregado na biorremediação, nos cultivos agrícolas (condicionador de solo, melhorando o ambiente solo para o crescimento de plantas), como adsorventes para a adsorção de pesticidas orgânicos (SHAABAN et al., 2018). Na Tabela 1 estão sumarizadas algumas aplicações e as vantagens e desvantagens do uso do biochar.

Tabela 2.1- Principais usos e aplicações dos diferentes biochares

Aplicação	Finalidade	Vantagens	Desvantagens	Autores
Adsorventes	Adsorção de contaminantes orgânicos e metais pesados presentes no solo e na água	Baixo custo, material abundante. Os grupos oxigenados nas superfícies do biochar facilitam a adsorção	A efetividade na remediação de poluentes orgânicos e metais pesados ainda é incerto	(Ahmad et al. 2014); (Houben et al. 2013); (Oleszczuk et al. 2012)
Percussor de catalisadores	Suporte catalítico, e em materiais orgânicos atuam como catalisadores diretos	Baixo custo, fácil de reciclar, grande área superficial, grupos funcionais abundantes	Baixa performance comparado a catalisadores comerciais.	(Zhang et al. 2013); (Kastner et al. 2012)
Condicionador de solo	Sequestro de carbono, melhorar a qualidade do solo para cultivos.	Retêm água e nutrientes, redução da perda de nutrientes, melhoria das condições químicas do solo (pH, toxidez por Al ⁺³)	Possível contaminação do solo com metais pesados	(Bruun et al. 2009); (Sohi et al. 2010); (Zhang et al. 2014); (Shaaban et al 2018)

Fonte: Adaptado de Zhang et al. (2019).

O uso de biochar na agricultura tem sido reportado como promissor, mas ainda há contradição nos resultados encontrados. Em alguns tipos de solo houveram efeitos positivos na produção de grãos, em outros houve redução na produtividade (SHAABAN et al. 2018). Ainda são necessários estudos em condições de campo e a longo prazo (BLANCO-CANQUI, 2017; SHAABAN et al. 2018). Shaaban et al. (2018) destacam muitos benefícios do uso de biochar, principalmente relacionados a melhoria das condições químicas do solo e adsorção de poluentes, como herbicidas.

2.2.2 Impactos no solo

Na secção 2.2.1 elucidamos a elevada importância da matéria prima e do processo de produção, nas características físico-químicas do biochar produzido. Além disso, ressaltamos que há muita variabilidade de biochar e possivelmente, o comportamento no solo também é

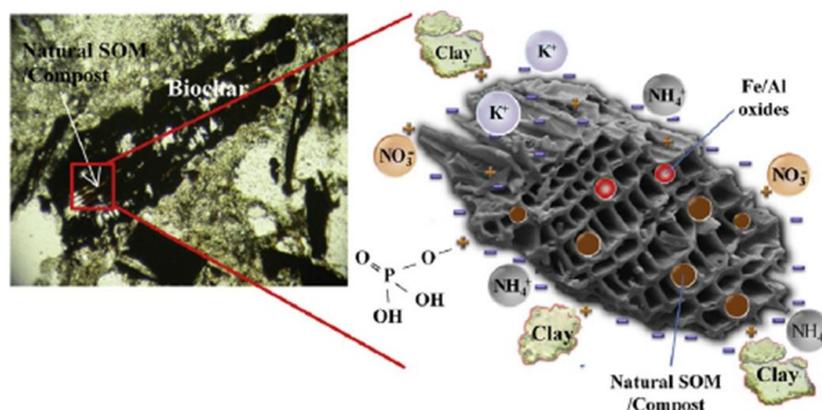
variável, dependendo das características físico-químicas do biochar aplicado. Em geral, tem-se observado que a aplicação de biochar aumenta a capacidade de troca de cátions no solo, além de aumentar o pH (SHAABAN et al. 2018; JIEN et al. 2019).

Os grupos oxigenados nas superfícies das partículas de biochar, possuem um residual de carga negativa, assim a capacidade de reter cátions aumenta (SHAABAN et al. 2018). Outro ponto observado é o potencial zeta alto e negativo das partículas de biochar, que também indica um alto residual de carga negativa da partícula (YUAN e XU, 2011; SHAABAN et al.2018).

A interação entre biochar e os minerais da fração argila pode formar complexos organominerais, afetando as propriedades do biochar, tornando-o menos hidrofóbico com o tempo (REN et al. 2018). Os minerais podem ser adsorvidos nas superfícies e nos poros das partículas de biochar, e essas ligações podem envolver troca de ligantes, ou apenas ocorrer por fenômenos físicos (REN et al. 2018). Outra consequência dessa interação biochar-minerais, é a redução da área superficial específica do biochar (REN et al. 2018). Na figura 2, podemos observar uma ilustração de como essas interações podem ocorrer no solo.

A superfície com grupos funcionais com residual de carga negativo, pode formar complexos organominerais, com óxidos de Fe e Al, adsorver cátions (Figura 2), e os grupos funcionais com residual de carga positivo, podem adsorver ânions, como o fosfato, e interagir com compostos orgânicos no solo (Figura 2). As partículas minerais podem ser aproximadas, e adsorvidas nas superfícies e poros do biochar por forças capilares (REN et al. 2018).

Figura 2.2 Interação entre minerais, íons, matéria orgânica e biochar



FONTE: Adaptado de Jien et al. (2019)

Os poros do biochar podem ainda abrigar colônias de bactérias, essas estruturas porosas fornecem um habitat favorável para o desenvolvimento de bactérias (SHAABAN et al. 2018). Assim são observadas respostas positivas no crescimento de comunidades nativas de bactérias (MIERZWA-HERSZTEK et al. 2017). No entanto, a interação entre a atividade microbiana e o biochar depende das características físico-químicas do biochar (STEINER et al. 2016). A alteração do pH, e a disponibilidade de nutrientes estão intimamente relacionadas com o desenvolvimento dos microrganismos, e esses fatores podem ser alterados pela adição de biochar no solo (STEINER et al. 2016). Há respostas positivas e também negativas na população microbiana após adição de biochar (STEINER et al. 2016; SHAABAN et al. 2018).

No que diz respeito as propriedades físicas do solo, há diferentes resultados, pois, a resposta do solo a adição de biochar depende do tipo e conteúdo de biochar aplicado, bem como da granulometria e da mineralogia do solo (BLANCO-CANQUI, 2017; JIEN et al. 2019). Foram observados, tanto para solos muito intemperizados, como para solos menos intemperizados, uma redução significativa da densidade do solo, e um aumento na retenção de água, e no conteúdo de água disponível para as plantas, após a aplicação de biochar no solo (OJEDA et al. 2014; BURREL et al. 2016; PRANAGAL et al. 2017; BLANCO-CANQUI, 2017; JIEN et al. 2019). Contudo, os efeitos benéficos da adição de biochar no solo são de curta duração, e podem estar restritos a camada de 0 – 10 cm. Melhores condições físicas (permeabilidade ao ar, água disponível para as plantas) foram observadas por Pranagal et al. (2017) em um Haplic Podzol, após a adição de biochar de trigo, porém, após dois anos, os efeitos benéficos diminuíram e por fim não apareceram após 5 anos da aplicação. Outro aspecto importante é a textura do solo, os efeitos do biochar nas propriedades físicas do solo em macroescala (estabilidade de agregados em água, e densidade do solo) são mais pronunciados em solos arenosos, em relação a solos argilosos (BURREL et al. 2016; BLANCO-CANQUI, 2017).

Quanto a força entre partículas e coesão do solo, a aplicação de biochar pode enfraquecer a força entre as partículas, como indicado pela redução significativa da resistência tênsil do solo e a coesão, independentemente da textura, após adição de biochar (BLANCO-CANQUI, 2017; ZONG et al. 2015). Ainda há poucas informações a respeito do comportamento mecânico de solos com adição de biochar (BLANCO-CANQUI, 2017). Em macroescala, o comportamento da resistência ao cisalhamento do solo foi afetado pela adição

de biochar, Zong et al. (2014) e Zong et al. (2015) verificaram que a coesão entre as partículas foi reduzida, após a aplicação de biochar de madeira, palha e lodo de esgoto, tal fato ocorreu tanto em solos argilosos (Vertisol), como em solos franco argilosos (Typic Plinthudult). Entretanto, não houve efeitos significativos no ângulo de fricção do solo mais intemperizado (Typic Plinthudult). Os autores ressaltam a necessidade de mais estudos relacionados ao papel do biochar nas ligações entre as partículas no solo, e os pontos de contato, que afetam a resistência do solo ao cisalhamento.

Em microescala, o comportamento mecânico do solo após adição de biochar, ainda é pouco pesquisado (BLANCO-CANQUI, 2017). Os estudos estão concentrados nas propriedades físicas do solo de composição, densidade do solo, porosidade e retenção de água em macroescala (OJEDA et al. 2014; BURREL et al. 2016; PRANAGAL et al. 2017; JIEN et al. 2019).

O comportamento mecânico em microescala de um Calcic Gleysol, após adição de biochar de madeira, foi estudado por Ajayi et al. (2016). Os resultados indicaram um aumento da estabilidade microestrutural do solo com biochar. No entanto, os autores ressaltam a necessidade de pesquisas que associem a mineralização do biochar e as propriedades mecânicas do solo em microescala. Também faltam informações a respeito do comportamento mecânico em microescala de solos intemperizados.

2.3 REOMETRIA: APLICAÇÕES NA CIÊNCIA DO SOLO

Nesta seção serão apresentadas as aplicações e as principais teorias que fundamentam o estudo do comportamento mecânico e resiliência do solo sob tensões cisalhantes oscilatórias em microescala.

2.3.1 Comportamento de fluxo e deformação dos materiais

A reologia é a ciência que estuda o comportamento de fluxo e deformação dos materiais submetidos a forças externas, ao passo que, a reometria é uma técnica fundamentada nas bases teóricas da reologia para mensuração dos dados reológicos das diversas substâncias (MEZGER, 2014). O comportamento de fluxo e deformação dos materiais sob tensões pode ser

descrito reologicamente entre dois extremos de comportamento, o fluxo de fluidos viscosos ideais conforme a lei de Newton e a deformação elástica ideal descrita pela lei de Hook (MEZGER, 2014).

Sob a ação de uma tensão, um fluido viscoso ideal flui com velocidade ou taxa de deformação constante, e após cessar a força aplicada o fluido permanece completamente em um estado deformado (BARNES, 2010; MEZGER, 2014). A relação entre tensão de cisalhamento (τ , Pa) e taxa de deformação ($\dot{\gamma}$, s^{-1}) de um fluido viscoso ideal é dado pela equação (1), onde a viscosidade (η , Pa s) é a constante de proporcionalidade, variando somente com a temperatura (MEZGER, 2014; HOLTHUSEN et al. 2017)

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (1)$$

A deformação de materiais sólidos elásticos ideais, por sua vez, é proporcional a tensão aplicada (Equação 2), após a remoção da carga aplicada o material retorna completamente ao seu estado inicial (BARNES, 2010; MEZGER, 2014). Sob temperatura constante a relação entre tensão de cisalhamento (τ , Pa) e deformação (γ , %) é dada pelo modulo de cisalhamento G (Pa), característico de cada material (MEZGER, 2014).

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (2)$$

No entanto, o comportamento de deformação de materiais reais, como o solo, não é descrito apenas pelas leis de Newton e Hook (GEZZHEI; OR, 2001; MARKGRAF, 2006). O solo exibe tanto comportamento elástico como viscoso, e a proporção destes depende do grau, tipo e duração da tensão aplicada, bem como das propriedades físico-químicas do material (MARKGRAF, 2006; BAUMGARTEM, 2013; MEZGER, 2014).

Há diferenças fundamentais entre a deformação causada no solo por implementos agrícolas (tensões de curta duração, oscilatórias) e a deformação causada por tensões cisalhantes estacionárias (longa duração, como a tensão exercida por um edifício) (GHEZZHEI; OR, 2001). Sob tensões estacionárias, o solo comporta-se como um material viscoplástico, conforme descrito pelo modelo de Bingham. As tensões aplicadas por pneus e maquinários agrícolas, por sua vez, são dinâmicas e de carregamento curto, assim os efeitos dessas tensões

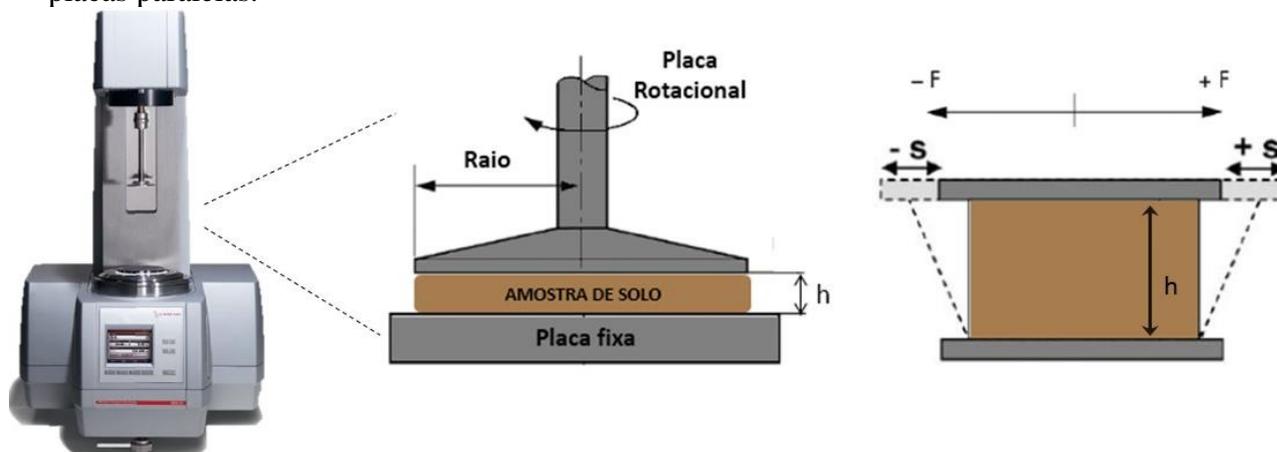
no comportamento mecânico solo não são descritos por equações baseadas em tensões estacionárias como usados na geotécnica (KELLER et al. 2012). O comportamento do solo sob tensões cisalhantes oscilatórias pode ser descrito como viscoelástico, exibindo ambos comportamentos elástico e viscoso em diferentes proporções (GHEZZHEI; OR, 2001; MARKGRAF, 2006). Ambos comportamentos viscoplástico e viscoelástico são fortemente influenciados pela composição físico-química do solo (minerais, íons, compostos orgânicos), densidade, grau de saturação com água e coesão (BAUMGARTEM, 2013; PÉRTILE et al. 2018).

2.3.2 Teste de varredura de amplitude e parâmetros reológicos

Na reometria os testes oscilatórios são utilizados para avaliação dos materiais viscoelásticos, como o solo, sob ação de tensões cisalhantes oscilatórias. O princípio do teste é explicado baseando-se no modelo de duas placas paralelas, onde a placa inferior é fixa e a superior movimenta-se em um curso senoidal resultando em uma tensão de cisalhamento e deformação do material (solo) (Figura 1) (MEZGER, 2014). A tensão de cisalhamento τ (Pa) é resultante da força F (N) necessária para causar uma deformação γ (%) ao longo da superfície de cisalhamento (A , m^2) (HOLTHUSEN et al. 2010; MEZGER, 2014). Já a deformação é dada pela razão entre a deflexão (s) e a altura entre as placas h (m) (GAP) (MEZGER, 2014).

O teste de varredura da amplitude (TVA) com deformação controlada, realizado por um reômetro equipado com sistema de medição de placas paralelas (Figura 1), é indicado para estudar os efeitos estruturais sob tensões cisalhantes oscilatórias em microescala, simulando fenômenos naturais ou condições de tráfego de máquinas e animais no solo (MARKGRAF, 2006; MARKGRAF et al. 2012; HOLTHUSEN et al. 2010; PERTILE et al. 2018). No TVA a frequência é constante enquanto a amplitude de deformação é variável, para mais detalhes ver Markgraf (2006) e Mezger (2014).

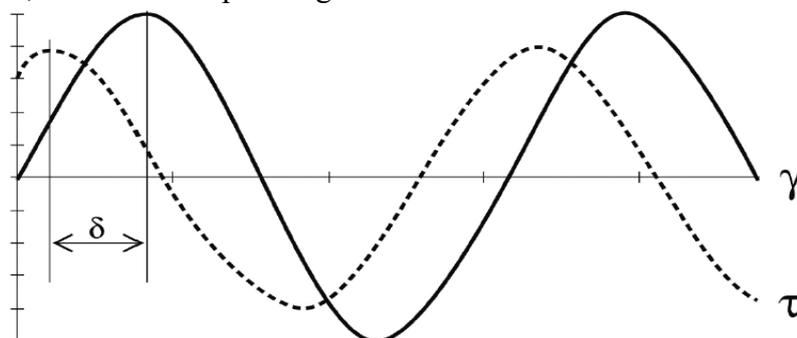
Figura 2.3 - Testes oscilatórios realizados em um reômetro modular compacto, modelo de placas paralelas.



Fonte: Adaptado de Mezger (2014) e Holthusen et al. (2010).

A relação entre deformação controlada e tensão de cisalhamento resultante é dada pelo ângulo de deslocamento de fase δ (PERTILE et al. 2018). O ângulo de deslocamento de fase é característico de cada material, no caso de materiais viscoelásticos a τ resultante mostra um atraso temporal em relação a deformação aplicada em função do tempo, em um intervalo do tipo $0^\circ < \delta < 90^\circ$ (Figura 2) (MEZGER, 2014; PÉRTILE et al. 2018).

Figura 2.4 – Comportamento de substâncias viscoelásticas: a deformação e a tensão resultante em função do tempo estão em uma mesma frequência, mas ocorre um deslocamento entre as duas curvas, caracterizado pelo ângulo de deslocamento de fase δ .



Fonte: Mezger (2014).

Em testes oscilatórios o módulo de cisalhamento G (Pa), obtido em condições de tensões estáticas (lei de Hook), é transformado em um módulo de cisalhamento complexo (G^*)

representando os componentes elástico e viscoso, dado pelos módulos de armazenamento (G') e perda (G''), respectivamente (equação 3). Os módulos de armazenamento e perda dependem diretamente da deformação, tensão de cisalhamento e do ângulo de deslocamento de fase, equações 4 e 5.

$$G^* = [(G')^2 + (G'')^2]^{1/2} \quad (3)$$

$$G' = G^* \cos \delta \quad (4)$$

$$G'' = G^* \sin \delta \quad (5)$$

A relativa proporção entre os comportamentos elástico e viscoso é dada pela tangente do ângulo de deslocamento de fase (equação 6) ($\tan \delta$) ou seja a razão entre G'' e G' (MARKGRAF, 2006; KELLER et al. 2012).

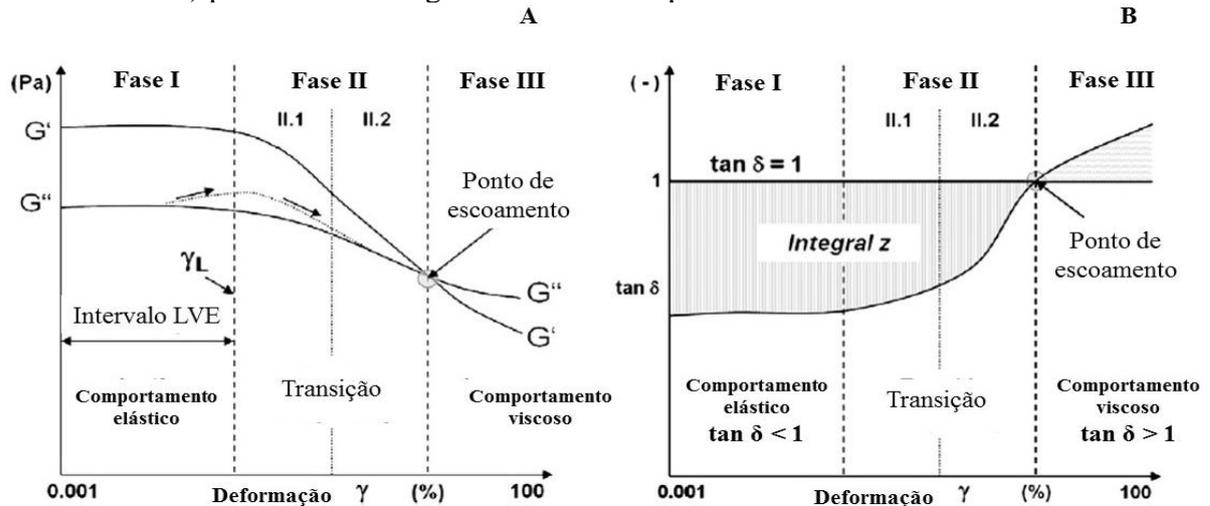
$$\tan \delta = G''/G' \quad (6)$$

A partir do fator de perda ou $\tan \delta$ uma classificação semi-quantitativa da degradação da rigidez estrutural pode ser feita (MARKGRAF et al., 2011), considerando-se o conteúdo de água no solo (PÉRTILE et al. 2016), diferenças texturais (MARKGRAF, 2006), mineralógicas (PERTILE et al. 2018), força iônica (HOLTHUSEN et al. 2010), conteúdo de matéria orgânica (MARKGRAF et al. 2007; MARKGRAF et al. 2011) que influenciam as curvas resultantes do TVA (Figura 4 a e b).

São identificadas três fases no TVA (Figura 4 a), a progressão de cada fase depende das propriedades físico-químicas do material avaliado (MARKGRAF, 2006). Na fase inicial, o módulo de armazenamento predomina sobre o módulo de perda ($G' > G''$) e o solo apresenta um comportamento elástico conforme descrito pela lei de Hook. O intervalo, no qual G' se mantém constante é denominado intervalo viscoelástico linear (LVE), a deformação no final do LVE é calculada (BAUMGARTEN, 2013). Deformações além do LVE causam mudanças irreversíveis na estrutura da amostra de solo (PERTILE et al. 2018). Na segunda fase (Transição) há um decréscimo de G' , as partículas são reorientadas e a estabilidade microestrutural decresce. No fim da segunda fase, os valores de G' e G'' se igualam, indicando o ponto de escoamento, de colapso estrutural. A partir do ponto de escoamento inicia a terceira

fase do teste, onde o caráter viscoso predomina sobre o elástico ($G' < G''$) e as deformações são irreversíveis, isto é, o solo comporta-se como um fluido viscoso (MARKGRAF et al. 2011).

Figura 2.5 – a) Resultados do teste de varredura de amplitude (TVA) com deformação controlada e b) parâmetros reológicos calculados a partir dos dados da curva obtida no TVA.



FONTE: Adaptado de Markgraf et al. (2011).

Na figura 4 b, as relações entre G' e G'' são dadas pelo fator de perda ($\tan \delta$), que é adimensional e indica a fração de energia que é perdida na deformação (PÉRTILE et al. 2018). A área delimitada por $\tan \delta$, que se estende do ponto intersecção com o eixo y ao ponto onde $\tan \delta = 1$, é utilizada para calcular a integral z, um parâmetro quantitativo da degradação da rigidez microestrutural (BAUMGARTEN, 2013). Grandes valores de integral z indicam alta proporção de deformação elástica e alta rigidez do solo (MARKGRAF et al. 2011; PERTILE et al. 2018). Para caracterização do comportamento mecânico do solo em microescala, não somente a integral z deve ser levada em consideração, mas as demais propriedades reológicas em conjunto (BAUMGARTEN, 2013).

Outro parâmetro reológico calculado é a tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}), que caracteriza a máxima resistência de uma amostra ao movimento oscilatório (HOLTHUSEN et al., 2010). A τ_{max} é muito impactada pela força normal (força vertical) durante a condução do teste de varredura da amplitude, a qual aumenta com o incremento da força normal (HOLTHUSEN et al. 2017). A granulometria e a mineralogia também afetam a resistência do solo ao cisalhamento, em solos arenosos foi observado alto ângulo de fricção interna e menor

coesão, comparados a solos argilosos, que se caracterizaram por ter baixo ângulo de fricção e forte coesão entre as partículas (BAUMGARTEN, 2013). Em solos ricos em caulinita também foi observado alto ângulo de fricção interna e um comportamento de cisalhamento turbulento, no qual o comportamento elástico é menor, mas o colapso estrutural ocorre em deformações maiores. Enquanto, nos solos ricos em esmectitas o ângulo de fricção interna foi menor, e o comportamento de cisalhamento caracterizado como “*sliding shear*”, no qual o comportamento elástico é prolongado, porém o colapso estrutural acontece em deformações menores (MARKGRAF, 2006).

A resistência do solo ao cisalhamento, também é afetada pelo conteúdo de água, quando a pressão da água nos poros é negativa, as forças capilares atuam como uma força de ligação entre as partículas, assim a coesão aumenta com o avanço da dessecação do solo (BAUMGARTEN, 2013). O conteúdo de água no solo, ainda afeta a integral z, que aumenta com a redução do conteúdo de água (MARKGRAF, 2006; BAUMGARTEN, 2013; PÉRTILE et al. 2016).

No que diz respeito a influência da matéria orgânica na estabilidade microestrutural e a resistência ao cisalhamento, foi observado que o carbono orgânico do solo e os constituintes orgânicos como, raízes, hifas, suportam a resistência mecânica em microescala, em condições de solo drenado, ao passo que em condições de solo saturado as forças físico-químicas são predominantes na estabilidade da estrutura (BAUMGARTEN, 2013). Entretanto, o impacto dos compostos orgânicos na estabilidade microestrutural e na resiliência do solo, depende da mineralogia do solo e da estrutura molecular do composto (BARRÉ e HALLETT, 2009). Nos solos oxídicos, há uma forte ligação entre matéria orgânica e óxidos, que formam complexos organominerais muito estáveis, e estes proporcionam aos solos oxídicos intemperizados uma elevada estabilidade microestrutural, demonstrada pelos altos valores de integral z, ou até mesmo ausência de colapso microestrutural (PÉRTILE, 2015; MARGRAF et al. 2007). Na tabela 2, estão sumarizados os estudos relacionados a matéria orgânica e estabilidade microestrutural do solo, bem como os métodos de avaliação e os tipos de solo.

Tabela 2.2 - Investigações relacionadas ao efeito do conteúdo de carbono orgânico no solo e presença de compostos orgânicos, no comportamento mecânico do solo sob tensões de cisalhamento oscilatórias em microescala.

Investigação	Condições	Testes	Solo	Autores
Remoção da matéria orgânica do solo*.	Plantio direto, campo natural. Amostras deformadas.	TVA ¹	Typic Hapludult, Typic Calcic Gleysol ²	Markgraf et al. (2007)
Compostos orgânicos liberados por raízes e fungos	Incubação em laboratório. Amostras deformadas.	Testes com tensão de cisalhamento controlada.	Luvisol, Cambisol, Ferralsol ³	Barré e Hallett, (2009)
Adição de esterco por 166 anos	Campo (Broadbalk, Rothamsted, UK.) Amostras deformadas.	TVA	Silt loam Chromic Luvisol ³	Markgraf et al. (2011)
Remoção da matéria orgânica do solo*	Coletadas em campo, horizonte A	TVA	Chernozem ³	Fedotov et al. (2014)
Conteúdo de carbono orgânico no solo (diferentes níveis de remoção)	Coletadas em campo, horizonte B (área sob forte erosão)	-	Andic Humudepts ⁴	Carotenuto et al. (2015)
Adição de Biochar (oriundo de espécies florestais)	Incubação em laboratório	TVA	Calcic Gleysol ³	Ajayi et al. (2016)

*remoção com peróxido de hidrogênio. ¹ Teste de varredura da amplitude com deformação controlada. ² Classificação segundo o sistema Soil Taxonomy. ³ Classificação de acordo com o sistema WRB. ⁴ Classificação de acordo com o sistema USDA-NRCS.

Dentre os trabalhos, tem-se observações dos impactos estabilidade da microestrutura relativos à perda de matéria orgânica do solo (MARKGRAF et al. 2007; FEDOTOV et al. 2014; CAROTENUTO et al 2015). Em todos os solos estudados, a perda de matéria orgânica resultou no enfraquecimento da microesturura, porém, os impactos foram maiores nos solos menos intemperizados. Quanto aos impactos da adição de material orgânico na estabilidade e resistência da microestrutura, os principais solos estudados são constituídos predominantemente de minerais do tipo 2:1, com fertilidade mais elevada, maior capacidade de

troca de cátions, pH mais alcalino. Markgraf et al. (2011) observaram que adição de esterco de bovinos, em longo prazo, aumentou a capacidade do solo (Chromic Luvisol) em suportar grandes deformações sem atingir o colapso estrutural, ou seja, a adição de esterco aumentou a estabilidade do solo.

A adição de materiais mais recalcitrantes, como o biochar, também aumentou a estabilidade microestrutural, revelado pela maior integral z de um Calcic Gleysol após incubação com biochar de madeira (Ajayi et al. 2016). O incremento da estabilidade foi atribuído as propriedades físico-químicas do biochar de madeira (área superficial específica, capacidade de troca de cátions) que modificou a interação entre as partículas no solo, aumentando a ligação entre elas. No entanto, é necessário destacar que as condições dos principais estudos com adição de materiais orgânicos no solo, como o biochar, são bem diferentes dos solos tropicais e o efeito no comportamento mecânico em microescala entre esses solos pode ser distinto. Como ressaltado por Barré e Hallett (2009), o impacto dos compostos orgânicos na microestrutura do solo depende da mineralogia.

2.3.3 Tixotropia do solo

A tixotropia é a resiliência mecânica que caracteriza a capacidade inerente do material (solo) de recuperar a sua estrutura após sofrer um stress (Barré e Hallett, 2009). A textura, mineralogia, conteúdo de água, densidade do solo, bem como a interação entre exsudatos (compostos orgânicos liberados por raízes, fungos, bactérias) e a matriz, exercem influência sobre a resiliência mecânica do solo (BARRÉ e HALLETT, 2009; BAUMGARTEN, 2013; GRIFFTHS et al. 2015). Os ensaios de tixotropia quantificam a propensão das partículas do solo para resistir a tensões mecânicas elevadas e a capacidade delas de retornar à formação original após o stress ser removido (GRIFFTHS et al. 2015). A tixotropia pode ser determinada por testes em um reômetro modular de placas paralelas (BARRÉ e HALLETT, 2009; MEZGER, 2014).

O comportamento dos solos após stress e a sua recuperação estrutural estão muito atrelados a constituição do solo, (BARRÉ e HALLETT, 2009). O incremento no conteúdo de água reduz a viscosidade e a resiliência da estrutura tanto em solos intemperizados como em solos pouco intemperizados (BARRÉ e HALLETT, 2009). A redução do conteúdo de água,

aumenta os números de pontos de contato no solo, as forças capilares atuam, ligando fortemente as partículas, assim a viscosidade e a resiliência estrutural são favorecidas (BARRÉ e HALLETT, 2009; BAUMGARTEN, 2013).

3. ESTUDO I – ALTERAÇÕES MICROESTRUTURAIS SOB TENSÕES OSCILATÓRIAS DE UM SOLO TROPICAL INCUBADO COM BIOCHAR

RESUMO

O biochar é uma biomassa (oriunda de resíduos vegetais ou animais) resultante de processos termodinâmicos em altas temperaturas. As pesquisas do uso de biochar, como condicionador do solo, estão concentradas nas propriedades químicas e físicas de composição (como a densidade do solo), enquanto os efeitos no comportamento mecânico do solo, são pouco estudados. Além disso, as poucas pesquisas estão concentradas em solos ricos em minerais expansíveis. Sabe-se que os efeitos no comportamento mecânico do solo, causados pela adição de materiais orgânicos, dependem da mineralogia do solo e da estrutura molecular do composto adicionado. Assim, o estudo tem como objetivo investigar se há impactos a curto prazo na microestrutura de um solo intemperizado, sob tensões oscilatórias, causados pela adição de biochar. Para tanto, foram coletadas amostras de solo e preparadas caixas de incubação com terra fina seca ao ar e biochar. Dois tipos de matéria prima de biochar foram testados, palha de arroz e de soja. As caixas foram mantidas com umidade constante, e coletaram-se amostras sem estrutura preservada aos 15, 30, 45 e 60 dias de incubação. Foram realizados testes de varredura da amplitude, com deformação controlada, em amostras sem estrutura preservada e, a partir da relação tensão – deformação, calculadas as propriedades reológicas que caracterizam a microestrutura do solo, sob tensões de cisalhamento oscilatórias. Os resultados foram submetidos à análise de variância e teste de comparação de médias, no software R. Esses, mostraram que as propriedades reológicas de cisalhamento foram impactadas pela adição de biochar em curto prazo, enquanto as propriedades de viscoelasticidade não foram alteradas. A resistência ao cisalhamento e rigidez microestrutural do solo, para os tratamentos de solo com biochar, reduziu independentemente do tipo de material aplicado. Os impactos negativos da adição de biochar ainda foram observados nos resultados de correlação de Pearson, os quais mostraram correlação negativa entre as propriedades de cisalhamento e teores de Ca, pH, e condutividade elétrica, alterados pela aplicação de biochar. A aplicação de biochar em curto prazo, causa impactos na microestrutura de um solo intemperizado. Entretanto são necessários mais estudos, com maior resolução temporal, envolvendo o biochar e as propriedades reológicas.

Palavras chave: Reometria, solo intemperizado, compostos orgânicos

MICROSTRUCTURAL CHANGES UNDER OSCILLATORY STRESS OF A TROPICAL SOIL INCUBATED WITH BIOCHAR

ABSTRACT

Biochar is a biomass (derived from vegetable or animal waste), the result of thermodynamic processes at high temperatures. Research on the use of biochar as a soil conditioner concentrates on chemical properties and physical properties of the soil composition (such as soil density), while the effects on soil mechanical behavior are rarely studied, and the few studies are concentrated in soils rich in expandable minerals. It is known that the effects on the mechanical behavior of the soil caused by the addition of organic materials, depend on the soil mineralogy and the molecular structure of the compound added. Thus, the aim of this study is to investigate the short-term impacts on the microstructure of a weathered soil, under oscillatory tensions, caused by the addition of biochar. In order to do so, soil samples were collected and prepared in incubation boxes as air-dried fine earth with biochar. Two types of biochar raw materials were tested, rice straw and soybean. The boxes were maintained at constant humidity, and samples with no preserved structure were collected at 15, 30, 45 and 60 days of incubation. Amplitude sweep tests were carried out with controlled deformation, in samples without preserved structure. From the stress - strain relation was calculated the rheological properties that characterize the soil microstructure under oscillatory shear stresses. The results were submitted to analysis of variance and comparison test of means. The findings showed that the rheological properties of shear were impacted by the addition of biochar in the short term, while the properties of viscoelasticity were not altered. The shear strength and microstructural stiffness of the soil reduced, in the order of treatments: soil with biochar of rice = soil with biochar of soybean > soil without biochar. The negative impacts of biochar addition were furthermore observed in the Pearson correlation results, which showed a negative correlation between the shear properties and chemical properties (Ca content, pH, and electrical conductivity) altered by biochar application. The application of short-term biochar causes negative impacts on the microstructure of weathered soil, but more studies with a higher temporal resolution involving biochar and rheological properties are required.

Key words: Rheometry, weathered soil, organic compounds.

3.1 INTRODUÇÃO

A matéria orgânica é um importante agente estabilizador da estrutura do solo, seja em macroescala ou em microescala (TISDALL e OADES, 1984; BAUMGARTEN, 2013). Consideráveis pesquisas têm abordado os impactos da adição ou remoção de compostos orgânicos, na microestrutura do solo sob tensões oscilatórias (curta duração), por exemplo: a) remoção da matéria orgânica (MARKGRAF et al. 2007; FEDOTOV et al. 2014); b) adição de polissacarídeos (BARRÉ e HALLETT, 2009); c) adição de esterco (MARKGRAF, et al. 2011); d) adição de biochar (AJAYI et al. 2016). Os testes oscilatórios, como o teste de varredura de amplitude, possuem a vantagem de simular condições (tensão-deformação) no solo, que ocorrem na natureza, ou no tráfego de máquinas e animais (MARKGRAF, 2006). No entanto, os efeitos da incorporação de materiais mais recalcitrantes no solo, como o biochar, e a sua contribuição para a interação entre partículas, e consequências para o comportamento mecânico em microescala, ainda não é muito investigado.

O biochar é um material, composto principalmente por carbono, com alta porosidade e área superficial específica, dependendo da matéria prima e condições de fabricação (SHAABAN et al. 2018; ZHANG et al. 2019; JIEN et al. 2019). Os experimentos com incubação de diferentes tipos de solo com biochar, indicam que esse material diminui a coesão e a resistência mecânica (em macroescala), de solos arenosos e argilosos (ZONG et al. 2014; 2015). Em microescala, sob tensões oscilatórias, há indicações de que, a aplicação de biochar, influencia intensamente a interação entre as partículas minerais, e aumenta a estabilidade microestrutural do solo (AJAYI et al. 2016). Entretanto, as poucas pesquisas relacionadas aos impactos do biochar no comportamento mecânico, em microescala, foram realizadas com solos ricos em minerais expansíveis, nos quais a incubação com biochar aumentou a estabilidade microestrutural e a resistência ao cisalhamento (AJAYI et al. 2016).

A dinâmica da interação entre a fração sólida e os compostos orgânicos que são adicionados, depende da mineralogia do solo e da estrutura molecular do composto (BARRÉ e HALLETT, 2009). Sendo assim, pode-se esperar que os impactos no comportamento mecânico e na microestrutura do solo, causados pela adição de biochar, sejam diferentes, conforme a

mineralogia e a granulometria do solo. No entanto, não há pesquisas que comprovem esses aspectos.

Em consideração às questões anteriores, objetivou-se com esse estudo investigar se há impactos microestruturais a curto prazo, causados pela aplicação de diferentes tipos de biochar em um solo intemperizado, sob tensões de cisalhamento oscilatórias.

3.2 MATERIAL E MÉTODOS

3.2.1 Design experimental e tratamentos

Este estudo foi desenvolvido nos Laboratórios de Química e Fertilidade do Solo, do Departamento de Solos, na Universidade Federal de Santa Maria. O solo base para o experimento, foi um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult), coletado na área experimental do departamento de solos da Universidade Federal de Santa Maria. Somente foram coletadas amostras no horizonte superficial (0-0,2m), cujas propriedades físico-químicas estão descritas na tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Propriedades físico-químicas do horizonte superficial de um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult)

pH H ₂ O	Ca ⁺²	Mg ⁺²	Na ⁺	K ⁺	Al ⁺³	P	OM	Sand	Silt	Clay	BD
-	cmol _c dm ⁻³				mg dm ⁻³	g dm ⁻³	g kg ⁻¹		Mg m ⁻³		
4,30	0,94	0,52	0,00	0,07	2,99	4,60	14,10	617,1	257,2	125,6	1,66

Fonte: SARFARAZ (2019), OM: organic matter content, BD: Soil Bulk density in field

O local de coleta do solo da área experimental, foi longe das áreas cultivadas de outros experimentos, com objetivo de reduzir possíveis erros devido a outros manejos, diferentes dos avaliados nesse estudo. O biochar utilizado foi preparado no departamento de solos da UFSM com o uso da mufla em temperaturas de 400 a 450 °C, durante uma hora. Dois tipos de resíduos culturais foram utilizados: de restos culturais da soja e de palha de arroz (Tabela 3.2), o material

resultante (biochar) foi macerado e reduzido a finas partículas, que passaram por peneiras de malha de 210 μm .

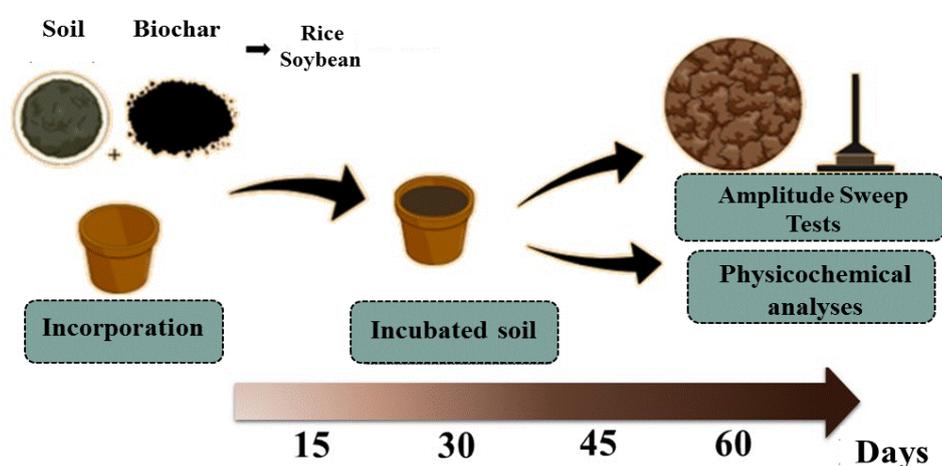
Tabela 3.2 – Propriedades físico-químicas dos diferentes biocharres produzidos no Departamento de Solos.

Biochar	Ca ⁺²	Mg ⁺²	K ⁺	P	C	N	CEC	EC	pH
-	%						cmol _c dm ⁻³	mS cm ⁻¹	-
Rice	1,53	0,05	5,97	0,60	43,95	0,87	162	9,42	10,41
Soybean	2,65	0,13	0,69	0,83	69,17	2,13	165	0,75	9,46

Fonte: SARFARAZ (2019). CEC: Cation Exchange Capacity; EC: Electrical conductivity

O experimento foi organizado no delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial (3x4). Foram preparadas caixas plásticas, com solo peneirado (peneiras de malha 2 mm), e adicionado dois tipos de biochar de distinta composição, na dosagem de 10 t ha⁻¹ (5 g de biochar em 400 g de solo), (Figura 3.1). Desta forma, os tratamentos consistiram em: solo (Control), solo + biochar proveniente de arroz (BC_Rice) e solo + biochar proveniente de soja (BC_Soybean), com três repetições. Cada caixa de incubação foi mantida com umidade de 50% da umidade do solo na capacidade de campo, o controle de umidade foi realizado com base na massa de solo + biochar, nas caixas.

Figura 3-1- Experimento de incubação: Organização das unidades experimentais no laboratório.



A avaliação temporal consistiu na coleta de amostras deformadas em cada tratamento aos 15, 30, 45 e 60 dias de incubação para condução dos testes de varredura de amplitude (TVA) e caracterização química, as amostras foram armazenadas a 4°C até a realização do TVA.

3.2.2 Análises de solo

3.2.2.1 Análises das propriedades químicas do solo

As análises de caracterização química das amostras de solo (terra fina seca ao ar) coletadas, foram realizadas nos Laboratórios de Química e Fertilidade do Solo, e Microbiologia do Solo, por Sarfaraz (2019), na Universidade Federal de Santa Maria. Os cátions trocáveis Ca^{+2} , Mg^{+2} e Al^{+3} foram extraídos por solução KCl 1 mol L^{-1} e as concentrações determinadas de acordo com Tedesco (1995). As concentrações de K^{+} e P disponível foram quantificadas segundo Tedesco (1995). O pH em água foi determinado na relação 1:2,5 (EMBRAPA, 2011) e os cálculos de capacidade de troca de cátions (CTC) e soma de bases realizados conforme Embrapa (2011).

Seguindo os mesmos procedimentos, descritos no item 3.2.1, foram preparados recipientes separados, com solo, e solo + biochar, para a determinação do carbono evoluído na forma de C-CO_2 nos tratamentos, os recipientes foram mantidos a temperatura (25°C) e umidade constante (50% da umidade do solo na capacidade de campo). O C-CO_2 foi calculado segundo o método de respirometria (ÖHLINGER, 1993). Nos tratamentos com adição de biochar foi calculado a percentagem de carbono mineralizado em relação ao carbono que foi adicionado, equação 3.1.

$$\text{C mineralizado (\%)} = [(\text{C-CO}_2 \text{ CB} - \text{C-CO}_2 \text{ SB}) / \text{C adicionado}] * 100 \quad (3.1)$$

Em que, $\text{C-CO}_2 \text{ CB}$, é o carbono evoluído na forma de CO_2 no tratamento com adição de biochar; $\text{C-CO}_2 \text{ SB}$ é o carbono evoluído na forma de CO_2 no tratamento sem adição de biochar; C adicionado é a quantidade de carbono que foi adicionado pela aplicação de biochar.

3.2.2.2 Testes de varredura de amplitude

Os testes de varredura de amplitude (TVA) foram realizados em um reômetro rotacional modular compacto (Anton Paar MCR 102), com sistema de medição de duas placas paralelas, a placa superior medindo 25 mm de diâmetro (MEZGER, 2014). As configurações do teste seguiram as recomendações de Markgraf (2006) (Tabela 3.3), a deformação é controlada e a tensão de cisalhamento resultante é mensurada.

Tabela 3.3 – Configurações recomendadas para o teste de varredura da amplitude com deformação controlada.

Parâmetros	Configuração
Distância entre as placas (<i>gap</i>) fixo	4 mm
Deformação	$\gamma = 0,0001 - 100\%$
Frequência angular	$f = 0,5$ Hz
Pontos medidos	30 pontos
Temperatura	20 °C
Força normal	Não controlada, dentro do limite 0 – 12 N
Duração do teste	15 minutos

Fonte: adaptado de Markgraf (2006)

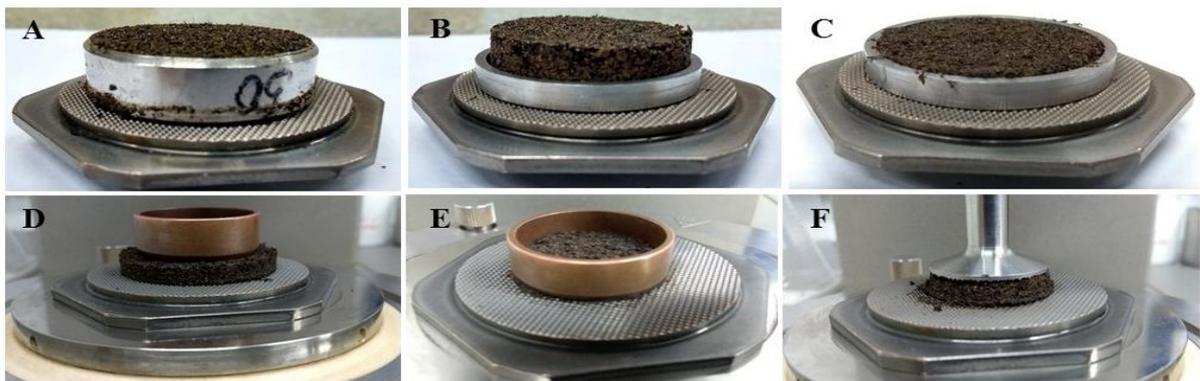
A partir das relações tensão-deformação foram determinados os parâmetros reológicos que caracterizam a microestrutura (degradação da rigidez, estabilidade, forças entre partículas), módulo de armazenamento no início do TVA (G' inicial); deformação no final do intervalo viscoelástico linear (γ_{LVE}); tensão de cisalhamento no final do intervalo viscoelástico linear (τ_{LVE}); tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}); deformação no ponto de escoamento (γ_{YP}); módulos de armazenamento e perda no ponto de escoamento (G_{YP}) e integral z .

O solo coletado nos tempos de avaliação do experimento de incubação, foi preparado em anéis de volume conhecido ($9,78 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$) de modo a padronizar a densidade em $1,72 \text{ Mg m}^{-3}$, próximo ao valor de densidade do solo no campo. No total para cada amostra coletada foram preparadas três replicatas. Após saturação com água destilada por 48 h, as replicatas

preparadas foram submetidas ao potencial matricial de -10 kPa em colunas de areia (REINERT e REICHERT, 2006) para posterior condução dos testes no reômetro.

O preparo detalhado das amostras para condução do teste é descrito por Pértile et al. (2018). Cada amostra de solo foi cuidadosamente retirada do anel e transferida para placa inferior fixa no reômetro, seguidamente com auxílio de um fio de nylon, a amostra foi reduzida a altura de 4 mm. De forma a se ajustar o diâmetro da amostra de solo, semelhante ao diâmetro da placa superior, foi retirado com o uso de um anel de cobre o solo circundante (Figura 3.2).

Figura 3-2 - Preparo das amostras para condução do teste de varredura de amplitude. A) amostra sobre a placa inferior. B) amostra retirada do anel. C) corte horizontal, altura de 4 mm. D) e E) retirada do excesso de solo circundante. F) amostra ajustada entre as placas paralelas antes do teste de varredura de amplitude.



As propriedades reológicas foram obtidas usando o software Reoplus/32 v 3.62, os três primeiros pontos de medição foram descartados devido à baixa sensibilidade do reômetro (PÉRTILE et al., 2018). Também foram excluídas das análises as amostras que perderam mais de 10% do conteúdo de água durante o teste. O conteúdo de água tem grande impacto sobre as propriedades reológicas do solo, assim a perda significativa de água durante os testes pode comprometer a interpretação dos resultados.

3.2.3 Análises estatísticas

Os parâmetros reológicos calculados a partir das curvas do TVA, foram submetidos análise de normalidade (teste de Shapiro-Wilk), homocedasticidade (Bartlett), análise de

variância (ANOVA), no software R (R CORE TEAM, 2015), pacote Expdez.pt (FERREIRA et al. 2014). Foi aplicado teste de comparação de médias (Teste de Tukey, pacote Expdez.pt), análise de correlação de Pearson e plotagem de gráficos no software Sigmaplot 12.1 (SYSTAT SOFTWARE Inc, 2011).

3.3 RESULTADOS

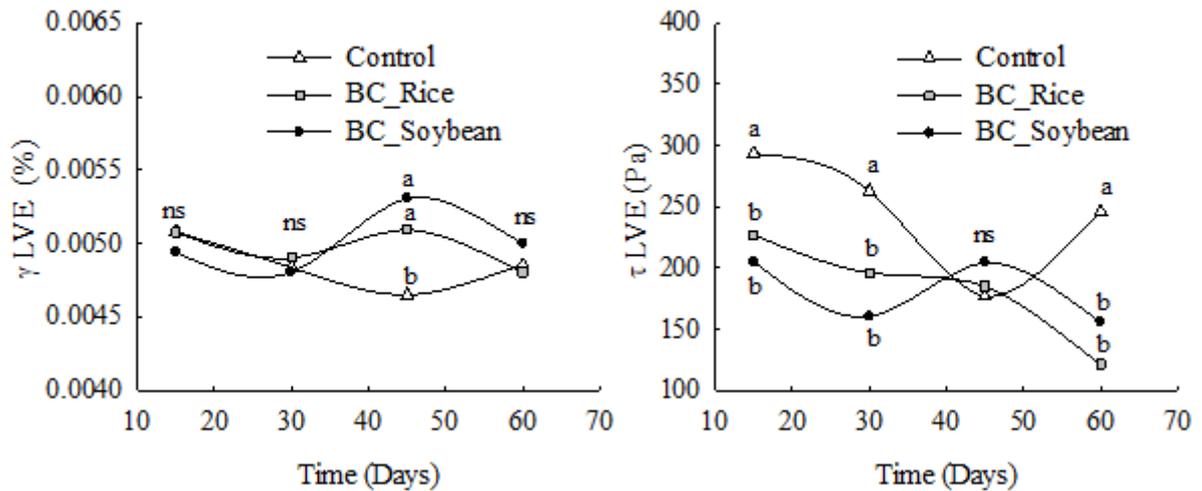
A adição de biochar e o tempo de incubação influenciaram significativamente o comportamento reológico do solo, conforme demonstrado pelas propriedades reológicas obtidas e calculadas a partir dos TVAs (Tabela 3.4).

Tabela 3.4 – Coeficientes de variação e valor de p obtidos para as propriedades reológicas de um Typic Hapludult incubado com biochar.

Fator	Propriedades Reológicas						
	γ LVE	τ LVE	τ max	γ YP	integral z	G'i	G'G'' _{YP}
	p - value						
tempo	0.061	2 E-05	9.5E-07	0.059	0.047	5.1E-06	0.0658
tratamento	0.058	3.9E-07	0.002	0.515	0.498	0	0.058
tempo*tratamento	0.008	2.5E-04	0.001	0.124	0.090	0.003	0.329
CV (%)	3.34	11.61	10.63	8.46	9.81	12.19	24.43

Houve pouca variabilidade nos dados obtidos para a propriedade reológica γ LVE, com coeficiente de variação de 3.34%. Somente a interação entre os fatores tempo e tratamento foi significativa, indicando a dependência entre esses fatores. Aos 15 dias de incubação todos os tratamentos comportaram-se de maneira semelhante, porém, aos 45 dias houve um incremento significativo ($p < 0.05$) nos valores de γ LVE nos tratamentos com biochar, ou seja, a adição de biochar prolongou o comportamento elástico do solo (Figura 3.3). Diferenças significativas entre os tratamentos foram observadas somente aos 45 dias de incubação.

Figura 3-3 – Deformação no final do intervalo viscoelástico linear (γ LVE) e tensão de cisalhamento no final do intervalo viscoelástico linear (τ LVE) de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.



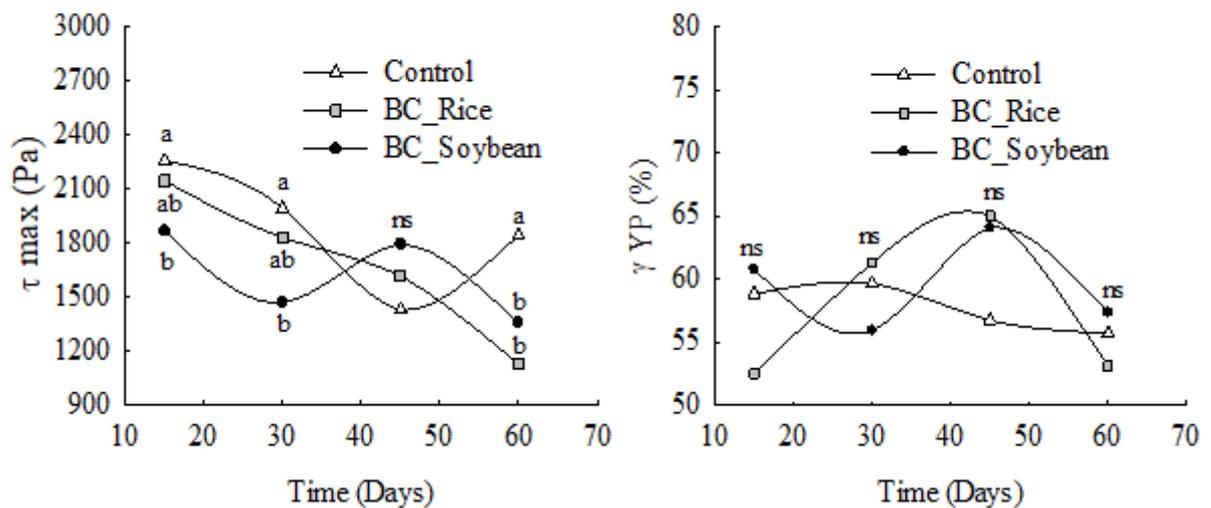
^a Médias seguidas da mesma letra nos diferentes pontos não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). ns: não significativo.

Aos 60 dias a γ LVE não foi influenciada pelos biocharres adicionados. Ao longo do tempo os valores de γ LVE oscilaram muito em todos os tratamentos. Sem a adição de biochar, observa-se significativamente maior comportamento elástico do solo nos primeiros dias (15 e 30 dias), mas ao final da incubação houve redução no valor de γ LVE. A adição de biochar de soja não afetou a γ LVE durante o tempo de incubação, mas no solo com biochar de arroz a γ LVE atingiu um valor máximo (0.0053%) aos 45 dias e decresceu significativamente aos 60 dias de incubação.

Nota-se que a adição e incorporação de biochar, reduziu significativamente τ LVE no solo durante o período de incubação, (Figura 3.3). Não houveram diferenças quanto ao tipo de biochar utilizado. Quanto aos dias de incubação, no solo sem biochar, a τ LVE reduziu significativamente apenas aos 45 dias. No tratamento com biochar de arroz, a τ LVE reduziu significativamente somente aos 60 dias de incubação (Figura 3.3). A adição de biochar de soja não causou efeitos na τ LVE ao longo do tempo.

A variação dos foi alta para a propriedade τ_{max} (CV= 10.63 %), foi observado interação significativa entre os fatores tempo e tratamento. Na figura 3.4, podemos observar o comportamento da τ_{max} nos solos com e sem biochar ao longo dos 60 dias de incubação. A adição de biochar de soja ao solo, reduziu significativamente a τ_{max} , em comparação ao tratamento controle, mas não se diferiu do tratamento com biochar de arroz. Durante o início da incubação, a τ_{max} foi semelhante nos tratamentos controle e com adição de biochar de arroz, mas aos 60 dias, a τ_{max} foi negativamente afetada nos tratamentos com biochar, reduzindo significativamente.

Figura 3-4 – Tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}) e deformação no ponto de escoamento (γ_{YP}) de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.



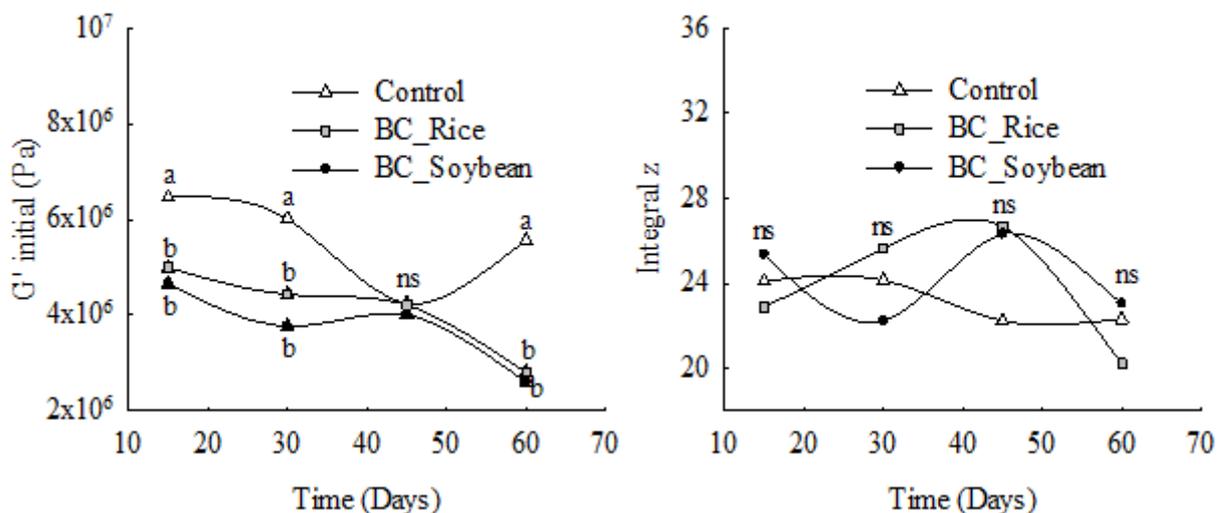
^a Médias seguidas da mesma letra nos diferentes pontos não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). ns: não significativo.

No tratamento controle observamos uma grande variação da τ_{max} comparando-se os tempos de incubação, houve uma redução significativa dessa propriedade com o aumento dos dias de incubação. Aos 45 dias o valor médio de τ_{max} no tratamento controle não se diferiu dos valores observados nos demais tratamentos.

As propriedades reológicas γ_{YP} e $G'G''_{YP}$ não foram afetadas pelos tratamentos ou tempos de incubação (Tabela 3.4). O G' no início dos testes, por sua vez, foi fortemente afetado

pela adição de biochar no solo e o tempo de incubação (Tabela 3.4). Houve uma redução significativa do G' nos tratamentos com biochar (Figura 3.5), ou seja, a incorporação de biochar, independentemente do tipo de biochar, provocou uma redução na rigidez estrutural do solo estudado. No entanto, quando analisamos o parâmetro semi-quantitativo da degradação da rigidez estrutural, integral z , não observamos efeitos da adição de biochar, somente efeitos do tempo de incubação (Tabela 3.4 e Figura 3.5). Aos 45 dias de incubação é observado a maior média de integral z (25.08), e aos 60 dias a menor (21.85).

Figura 3-5 – Módulo de armazenamento no início do teste de varredura de amplitude (G' inicial) e integral z de um Typic Hapludult, com ou sem adição de biochar.



^a Médias seguidas da mesma letra nos diferentes pontos não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). ns: não significativo.

A Tabela 3.5 indica as médias obtidas para as propriedades químicas do solo, nos diferentes tratamentos avaliados, ao longo dos dias de incubação. Nota-se uma redução no conteúdo de Al, em sua forma livre (Al^{+3}), nos tratamentos com adição de biochar, principalmente no solo com biochar de arroz. Os teores de Ca e Mg, fracamente adsorvidos, aumentaram no solo com biochar, ao longo dos 60 dias de incubação, com maior impacto no tratamento com biochar de soja.

Os conteúdos de P e K, fracamente adsorvidos, também aumentaram significativamente no solo com adição de biochar. Observa-se que no tratamento com biochar de arroz, o conteúdo no solo de K fracamente adsorvido foi relativamente superior aos obtidos nos demais tratamentos (Controle e BC_Soybean). Também foram observados incrementos na condutividade elétrica (EC) do solo incubado com biochar, principalmente no tratamento com biochar de arroz. Os valores de EC no solo com biochar de arroz, foram superiores a $70\mu\text{ cm}^{-3}$, ao longo dos dias de incubação. Ao passo que, no solo sem biochar, o valor máximo de EC ($50.65\mu\text{ cm}^{-3}$) foi observado aos 63 dias de incubação.

Tabela 3.5 - Propriedades químicas de um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult) com e sem adição de biochar, em dependência do tempo de incubação.

Tratamentos	Propriedades químicas									
	NO3	NH4	P	K	Ca	Mg	Al	Mn	pH	EC
			mg kg ⁻¹			cmol _c dm ⁻³				μS cm ⁻³
7 dias de incubação										
Control	1.70	58.17	14.43	30.00	0.15	0.11	8.18	5.13	5.09	27.90
BC_rice	0.23	91.73	56.83	354.67	0.15	0.10	3.86	4.41	5.71	94.09
BC_soybean	0.20	73.53	66.81	57.33	0.15	0.14	3.78	4.90	5.82	45.54
14 dias de incubação										
Control	0.23	44.07	10.59	30.67	0.11	0.09	5.79	5.62	5.20	24.10
BC_rice	1.00	48.30	51.06	340.33	0.14	0.11	3.78	5.43	5.34	74.98
BC_soybean	0.97	48.40	51.93	57.33	0.16	0.16	2.70	5.76	5.43	31.98
28 dias de incubação										
Control	0.20	58.80	7.60	30.00	0.12	0.10	5.32	6.31	5.12	19.08
BC_rice	0.20	51.07	46.69	314.33	0.14	0.12	1.85	5.34	5.90	71.09
BC_soybean	0.57	37.60	66.98	57.33	0.16	0.16	3.16	4.50	6.11	26.38
42 dias de incubação										
Control	0.20	51.27	7.72	31.00	0.13	0.11	6.02	5.78	5.11	33.83
BC_rice	1.43	63.20	55.08	323.33	0.13	0.09	2.55	5.40	5.68	83.13
BC_soybean	0.87	61.47	65.76	58.33	0.15	0.14	3.01	4.75	6.21	18.67
63 dias de incubação										
Control	0.23	70.97	17.76	30.00	0.13	0.10	8.49	5.98	5.18	50.65
BC_rice	0.53	77.93	62.08	317.00	0.14	0.11	2.85	6.34	5.45	98.29
BC_soybean	0.37	84.97	76.25	58.00	0.16	0.14	4.40	5.12	5.52	54.95

Fonte: (Sarfaraz, 2019). Control: tratamento sem adição de biochar; BC_rice: adição de 10 t ha⁻¹ de biochar de arroz; BC_soybean: adição de 10 t ha⁻¹ de biochar de soja. EC: condutividade elétrica.

A tabela 3.6 fornece os coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades reológicas, força normal no início dos TVAs, e propriedades químicas do solo. Com as análises de correlação, observamos a elevada influência da força normal sobre as propriedades reológicas, principalmente nas variáveis τ LVE, τ max e G' inicial. Os coeficientes (r) indicam correlação positiva extremamente forte entre a força normal e essas três propriedades. Também foram observadas correlações positivas significativas entre força normal e γ LVE, integral z e GYP.

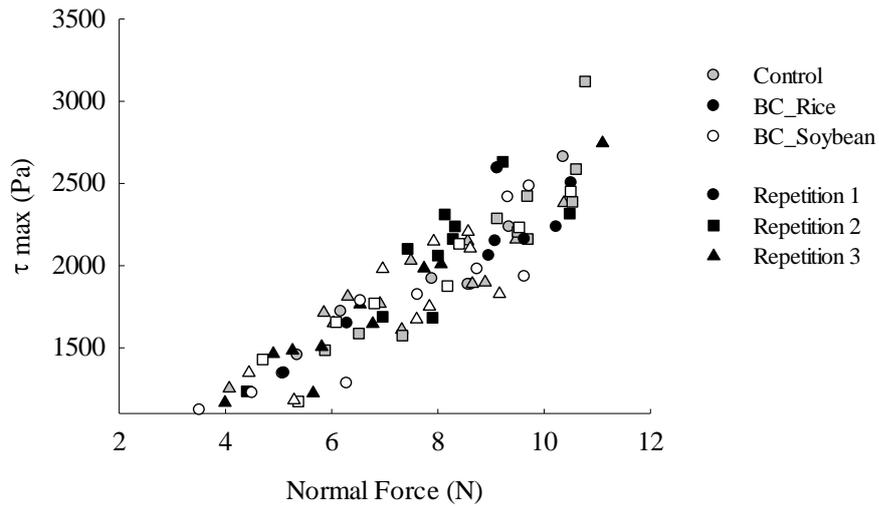
Tabela 3.6 – Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades reológicas, propriedades químicas e força normal, avaliadas ao longo do tempo em um Argissolo Vermelho-amarelo com e sem adição de biochar.

Rheological properties	Chemical properties and Normal force						
	NF ¹	K	Ca	Mg	Al	pH	EC
γ LVE	0.338*	0.117 ^{ns}	-0.0261 ^{ns}	0.00786 ^{ns}	-0.213 ^{ns}	0.31 ^{ns}	-0.0379 ^{ns}
τ LVE	0.860***	-0.321 ^{ns}	-0.504**	-0.344*	0.441**	-0.389*	-0.452**
τ max	0.925***	-0.106 ^{ns}	-0.344*	-0.193 ^{ns}	0.183 ^{ns}	-0.227 ^{ns}	-0.335*
γ YP	0.174 ^{ns}	-0.0467 ^{ns}	-0.0303 ^{ns}	0.0315 ^{ns}	-0.248 ^{ns}	0.261 ^{ns}	-0.194 ^{ns}
GYP	0.450**	-0.255 ^{ns}	-0.191 ^{ns}	-0.132 ^{ns}	0.424**	-0.33*	-0.242 ^{ns}
Integral z	0.356*	0.0447 ^{ns}	-0.0361 ^{ns}	0.0358 ^{ns}	-0.289 ^{ns}	0.248 ^{ns}	-0.167 ^{ns}
G' initial	0.852***	-0.256 ^{ns}	-0.628***	-0.436**	0.448***	-0.425**	-0.412*

¹Força normal no início dos testes de varredura de amplitude. * significante a 5% ($p < 0.05$), ** significante a 1% ($p < 0.01$), *** significante a 0.1% ($p < 0.001$). ns: não significante

Na figura 3.6, estão plotados os resultados obtidos para τ max, em função da força normal no início do TVA. São observados incrementos na τ max, com o aumento da força normal aplicada no início do TVA em todos os tratamentos avaliados.

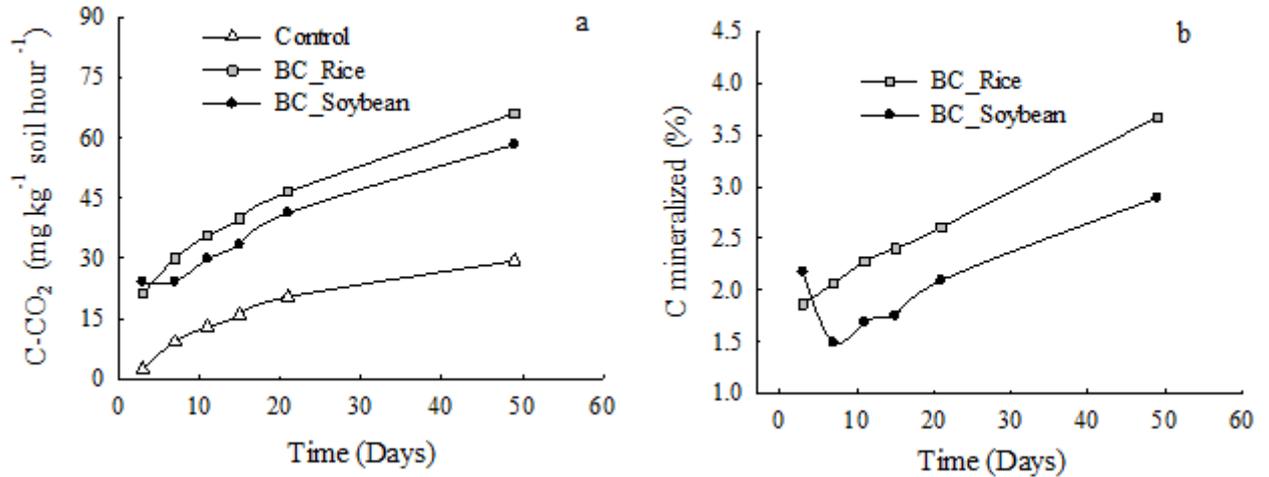
Figura 3-6 – Tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}) em função da força normal no início do teste de varredura de amplitude de um Typic Hapludult.



Os teores de Ca, Mg, o pH e a CE no solo impactaram negativamente as propriedades reológicas τ_{LVE} e G' inicial, houve correlação negativa significativa entre essas propriedades reológicas e químicas (Tabela 3.6). Contudo, nota-se correlação positiva significativa entre as propriedades τ_{LVE} , G' inicial, G_{YP} e os teores de Al trocáveis. Outra propriedade que obteve correlação negativa com os teores de Ca e CE do solo, foi a τ_{max} . Não foram observadas correlação significativa entre propriedades químicas do solo e as propriedades γ_{YP} , γ_{LVE} e Integral z.

Na figura 3.7, encontram-se plotados os conteúdos de carbono evoluídos na forma de C-CO₂ em função dos dias de incubação, indicando a atividade biológica nos tratamentos controle, BC_Rice e BC_Soybean. Também podemos observar na figura 3.7, o conteúdo de carbono mineralizado (%) em função do tempo de incubação, nos tratamentos BC_Rice e BC_Soybean.

Figura 3-7- a) Evolução de carbono na forma de C-CO₂ e b) carbono mineralizado (%) avaliados em um Typic Hapludult durante 50 dias de incubação com diferentes tipos de biochar.



Fonte: (Sarfaraz, 2019), C mineralizado (%): percentagem de carbono mineralizado em relação ao carbono que foi adicionado.

3.4 DISCUSSÃO

Uma propriedade do solo, pode causar efeitos diferentes no comportamento das propriedades reológicas (BATISTÃO, 2018). Assim, no que se refere a estabilidade da microestrutura podemos separar as propriedades reológicas em dois grupos, as propriedades de cisalhamento e as de viscoelasticidade. As propriedades de cisalhamento (G' inicial, τ_{LVE} , τ_{max} , e GYP), de maneira geral, caracterizam a resistência do solo contra tensões aplicadas, e as propriedades de viscoelasticidade (γ_{LVE} , γ_{YP} e integral z), estão relacionadas às porções elásticas e viscosas do comportamento do solo sob tensões oscilatórias, definem a amplitude do comportamento puramente elástico do solo (γ_{LVE}), o início do comportamento de fluxo (γ_{YP}), e descreve a razão entre deformações elásticas e plásticas (integral z) (HOLTHUSEN et al. 2017; BATISTÃO, 2018). Essas propriedades são afetadas de maneira distinta no solo, e conseqüentemente alguns materiais adicionados, ou a própria composição do solo, têm mais impactos sobre determinadas propriedades reológicas.

Enquanto as propriedades de cisalhamento foram afetadas pela adição de biochar, as propriedades de viscoelasticidade não foram alteradas (Tabela 3.4). Assim, para facilitar o entendimento dos efeitos do biochar e do tempo, além das propriedades químicas do solo sob o seu comportamento mecânico, essa seção foi dividida em três seções subsequentes, que abordam os temas citados anteriormente.

3.4.1 Efeito do biochar e tempo de incubação

Os resultados indicaram uma redução significativa das propriedades reológicas de cisalhamento após adição de biochar no solo. A resistência ao cisalhamento e a rigidez microestrutural do solo reduziu, na ordem de tratamentos, BC_Rice = BC_Soybean > Control.

Ao adicionar biochar no solo, os contatos diretos entre partículas minerais, podem ser reduzidos em razão da formação de complexos do tipo argila-C_{biochar}. A ocupação da área superficial das partículas minerais, em razão da ligação dessas com grupos funcionais na superfície do biochar, causa redução de interação direta entre as partículas minerais e uma fraca atração entre as fases sólida e líquida (ZONG, et al 2014). A formação de complexos entre argila e biochar foi observada por Ren et al. (2018). Zong et al. (2014) e (2015), também relataram a formação de complexos entre diferentes minerais de argila e diferentes tipos de biochar. Tanto em solos mais intemperizados, como em solos ricos em minerais 2:1, a adição de biochar reduziu a coesão entre as partículas.

Seria esperado nos resultados deste estudo, um maior impacto da redução da coesão nas propriedades reológicas de viscoelasticidade, visto que, essas são mais afetadas pelas forças de atração entre as partículas, enquanto as propriedades de cisalhamento são intensamente afetadas pelo atrito entre partículas e/ou forças de cimentação. Mas, as propriedades de cisalhamento foram as mais afetadas, provavelmente a falta de contato direto entre as partículas minerais, reduziu o atrito, resultando em menores valores de τ_{LVE} , τ_{max} .

As forças de atração entre as partículas, foram intensamente afetadas pela adição de biochar de madeira, segundo o estudo de Ajayi et al. (2016). Os autores observaram que, após 150 dias de incubação com biochar, a estabilidade microestrutural de um Calcic Gleysol aumentou, como revelado pelas propriedades reológicas de viscoelasticidade. Esses resultados, foram muito diferentes dos encontrados neste trabalho, possivelmente devido às condições

muito distintas entre os estudos. O solo estudado por Ajayi et al. (2016) é composto principalmente por minerais 2:1 expansíveis, com alta área superficial específica e alto residual de cargas negativas, além disso, a capacidade de troca de cátions e o pH são bem elevados. Em contraste, o solo estudado em nosso trabalho (Typic Hapludult) é composto principalmente por minerais 1:1 e óxidos não expansíveis, o residual de carga nas superfícies desses pode ser positivo, dependendo do pH, e os teores de Ca e Mg trocáveis são baixos, enquanto os teores de Al, em sua forma livre, são altos.

No que diz respeito ao tempo de incubação, o comportamento das propriedades reológicas de cisalhamento e de viscoelasticidade, não tiveram uma relação linear com os dias de incubação. Os valores flutuaram muito e as tendências não ficaram claras, por exemplo, a propriedade γ LVE foi afetada pela adição de biochar apenas aos 45 dias de incubação, e aos 60 dias os tratamentos não se diferenciaram estatisticamente (Figura 3.3). Os estudos relacionados com a adição de compostos orgânicos e comportamento mecânico do solo em microescala, avaliados em solos incubados, não estudaram as modificações na estrutura durante a adição do composto, as avaliações foram realizadas antes e depois da incubação (BARRÉ e HALLETT, 2009; AJAYI et al. 2016; NAVEED et al. 2017).

Provavelmente durante o período de incubação, houveram alterações na atividade biológica, temperatura, propriedades químicas (pH, teores de Ca, Al trocáveis) que afetaram o comportamento das propriedades reológicas, mas não foram avaliados e detectados.

3.4.2 Mudanças nas propriedades reológicas de cisalhamento e viscoelasticidade

A τ_{max} , calculada a partir do TVA, indica a máxima resistência da amostra (solo) ao cisalhamento sob tensões oscilatórias (HOLTHUSEN et al. 2010). A resistência do solo ao cisalhamento é dependente do potencial matricial (pressão da água nos poros) e das propriedades de fricção do material de composição do solo (BAUMGARTEN, 2013). Em solos argilosos, por exemplo, o incremento no conteúdo de argila aumenta os pontos de contato entre as argilas e a fricção e coesão entre partículas, assim são observados nesses solos maior resistência ao cisalhamento (HOLTHUSEN et al. 2017; PÉRTILE et al. 2018).

A matéria orgânica também tem forte impacto sobre a resistência mecânica e a elasticidade microestrutural do solo. Ao oxidar a matéria orgânica de um Chernozem, Fedotov

et al. (2015) observaram, que os pontos de contatos diretos entre as partículas minerais aumentaram, assim como a fricção e a resistência mecânica do solo, mas a elasticidade reduziu significativamente, pois a matéria orgânica é um agente de ligação entre as partículas.

Os resultados do TVA mostraram que a adição de biochar no solo reduziu significativamente a τ_{max} , o que indica uma possível redução nos pontos de contato direto entre partículas. A τ_{LVE} também reduziu no solo com biochar. Outro indicativo da redução da rigidez microestrutural do Typic Hapludult, após a aplicação de biochar, foi dada pela propriedade G' inicial (Figura 3.5), a qual reduziu significativamente com a aplicação de biochar. O G' representa o componente elástico de um material, o qual indica, que parte da energia aplicada por uma tensão externa é temporariamente armazenada, para ser recuperada após a remoção da tensão (PÉRTILE et al. 2018). Maiores valores de G' estão associados a maior rigidez estrutural. Nesse estudo a adição de um material orgânico mais recalcitrante e hidrofóbico, como o biochar, reduziu os valores de G' (Figura 3.5). Entretanto, a adição de compostos orgânicos (exsudatos radiculares e bacterianos) aumentaram a viscosidade inicial, de diferentes tipos de solos estudados por Barré e Hallet, (2009), e a adição de esterco por 166 anos, em um Chromic luvisol, também aumentou a rigidez e viscoelasticidade da microestrutura (MARKGRAF et al. 2011).

Os resultados de espectroscopia de infravermelho com infravermelho com transformações de Fourier (FTIR) (dados não mostrados), indicaram que os biochar de soja e arroz utilizados nesse trabalho, continham alguns grupos funcionais aromáticos, o que explica a pouca mineralização desse material no solo. Os grupos funcionais que contém oxigênio, conferem ao biochar, maior reatividade no solo, enquanto os grupos funcionais aromáticos e alquil são mais recalcitrantes e persistentes no solo (STEINER et al. 2016).

Foi observado que, as propriedades reológicas de cisalhamento foram fortemente impactadas pela força normal no TVA. Com o aumento da força normal, os valores das propriedades reológicas de cisalhamento também aumentam. Esse comportamento foi relatado por Holthusen et al. (2017), porém, segundo os autores, mesmo que a força normal influencie o comportamento das propriedades reológicas, esse impacto não é mais forte que a composição do solo. A variação da força normal e consequente variabilidade das propriedades reológicas obtidas no TVA, é resultado de leves desníveis na altura e irregularidades na superfície da amostra (HOLTHUSEN et al. 2017; PÉRTILE et al. 2018).

As propriedades de viscoelasticidade, não foram afetadas pela adição de biochar, e pouco influenciadas positivamente pela força normal no TVA. Holthusen et al (2017), também observaram pouca influência da força normal sobre as propriedades reológicas de viscoelasticidade.

A adição de compostos orgânicos no solo (esterco), investigados por Markgraf et al (2011), indicaram que a matéria orgânica é um agente estabilizante da microestrutura, e que solos com maior conteúdo de Ca^{+2} e carbono orgânico, podem deformar em maior extensão sem que o ponto de escoamento (γ_{YP}) seja atingido. Os resultados obtidos neste estudo, foram diferentes dos encontrados por Markgraf et al. (2011), pois a composição dos materiais adicionados e o tipo de solo estudado são muito diferentes. Como discutido anteriormente o biochar aplicado é um material recalcitrante, hidrofóbico, enquanto o esterco, durante sua decomposição libera compostos, como polissacarídeos, que estabilizam a estrutura rapidamente (ABIVEN, 2009; SARKER et al. 2018). Materiais orgânicos estáveis, compostos por muitos grupos aromáticos, são menos capazes de melhorar a agregação (macroescala), quando incorporados ao solo (SARKER et al. 2018).

3.4.3 Interações com propriedades químicas do solo

No que diz respeito às propriedades químicas do solo após adição de biochar e a sua influência sobre as propriedades reológicas, nota-se que os teores de Ca e Mg, a condutividade elétrica e o pH se correlacionaram negativamente com o G' inicial, τ_{LVE} e τ_{max} . Esse resultado difere dos outros encontrados na literatura, e está associado propriamente ao biochar, visto que há colinearidade entre o biochar e as propriedades químicas. Os cátions polivalentes como o Ca^{+2} e o Al^{+3} , bem como a maior concentração de íons na solução do solo fortalecem a microestrutura do solo (MARKGRAF, 2006; HOLTHUSEN, 2010; BAUMGARTEN, 2013; PÉRTILE, 2015). A repulsão entre as partículas é minimizada quando a espessura da dupla camada difusa diminui, e isso ocorre quando a concentração de íons na solução do solo é alta, e os íons adsorvidos nas superfícies das argilas são polivalentes. Além disso o Ca e o Al podem formar complexos com compostos orgânicos e com os grupos funcionais das argilas, originando microagregados estáveis (SUMNER, 1991; HILLEL, 1998; PÉRTILE, 2015).

A adição de biochar no solo reduziu a concentração de alumínio (Al^{+3}) fracamente adsorvido. Apesar do Al^{+3} ser tóxico para as plantas, ele tem um forte impacto no fortalecimento da microestrutura (PÉRTILE, 2015). As propriedades reológicas, τ_{LVE} , GYP, G' inicial e o conteúdo de Al^{+3} tiveram correlação direta significativa.

3.5 CONCLUSÕES

O comportamento reológico do Typic Hapludult, sob tensões cisalhantes oscilatórias, foi significativamente afetado pela adição de biochar e pelo tempo de incubação. O impacto da adição de biochar no solo, independentemente do tipo de matéria prima, durante o curto período de incubação foi mais forte nas propriedades de cisalhamento, enquanto as propriedades de viscoelasticidade não foram afetadas significativamente.

Apesar dos aspectos positivos do uso de biochar na retenção de água no solo, porosidade e densidade do solo, com base nos resultados mostrados, sob cargas transientes (tráfego de máquinas e animais) o Typic Hapludult com aplicação de biochar se torna mais frágil, suscetível a deformações. Houve um decréscimo na resistência ao cisalhamento e rigidez da microestrutura (integral z e modulo de armazenamento), nos tratamentos com biochar, independentemente do tipo de material aplicado. Todavia, ainda permanecem questões não esclarecidas como a oscilação no comportamento das propriedades reológicas ao longo do tempo de incubação. Assim, são indicadas pesquisas de maior resolução temporal mais aprofundadas nesses aspectos e que utilizem maior variedade de matérias primas de biochar.

REFERÊNCIAS

ABIVEN, S. et al. Dynamics of aggregate stability and biological binding agents during decomposition of organic materials. **European Journal of Soil Science**, v. 58, n. 1, p. 239-247, 2007.

AJAYI, A. E.; HOLTHUSEN, D.; HORN, Rainer. Changes in microstructural behaviour and hydraulic functions of biochar amended soils. **Soil and Tillage Research**, v. 155, p. 166-175, 2016.

BARRÉ, P.; HALLETT, P. D. Rheological stabilization of wet soils by model root and fungal

exudates depends on clay mineralogy. **European Journal of Soil Science**, v. 60, n. 4, p. 525-538, 2009.

BATES, D.M., MAECHLER, M., e BOLKER, B. lme4: Linear mixed-effects models using Eigen and syntax. R package version 0.999999-0, 2012.

BATISTÃO, A. C. **Inter-relações das propriedades físico-químicas e mineralógicas com a reologia de solos amazônicos, salinos e orgânicos**. 2018. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

BAUMGARTEN, W. **Soil microstructural stability as influenced by physicochemical parameters and its environmental relevance on multiple scales**. 2013. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.

BLANCO-CANQUI, Humberto. Biochar and soil physical properties. **Soil Science Society of American Journal**, v. 81, n. 4, p. 687-711, 2017.

BURRELL, L. D. et al. Long-term effects of biochar on soil physical properties. **Geoderma**, v. 282, p. 96-102, 2016.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: EMBRAPA Solos, 2011. 230 p.

FEDOTOV, G. N.; SHOBA, S. A.; KHAYDAPOVA, D. D. The mechanism of influence of the organic matter on the soil structure and mechanical properties. In: **Doklady Biological Sciences**. Pleiades Publishing, 2014. p. 177-181.

FERREIRA, E.B.; CAVALCANTI, P.P.; NOGUEIRA, D.A. ExpDes: An R Package for ANOVA and Experimental Designs. **Applied Mathematics**, v.5, p.2952-2958, 2014.

HILLEL, D. **Environmental soil physics: Fundamentals, applications, and environmental considerations**. San Diego: Academic Press, 1998. 771 p.

HOLTHUSEN, D., PÉRTILE, P., REICHERT, J. M., & HORN, R. Controlled vertical stress in a modified amplitude sweep test (rheometry) for the determination of soil microstructure stability under transient stresses. **Geoderma**, v. 295, p. 129-141, 2017.

HOLTHUSEN, D. ; PETH, S.; HORN, Rainer. Impact of potassium concentration and matric potential on soil stability derived from rheological parameters. **Soil and Tillage Research**, v. 111, n. 1, p. 75-85, 2010.

JIEN, Shih-Hao. Physical Characteristics of Biochars and Their Effects on Soil Physical Properties. In: **Biochar from Biomass and Waste**. Elsevier, 2019. p. 21-35.

MARKGRAF, Wibke. **Microstructural changes in soils rheological investigations in soil mechanics**. 2006. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.

MARKGRAF, Wibke et al. Influence of organic matter on rheological properties of soil. **Applied Clay Science**, v. 64, p. 25-33, 2012.

MARKGRAF, W.; HORN, R. Scanning electron microscopy–energy dispersive scan analyses and rheological investigations of South-Brazilian soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 71, n. 3, p. 851-859, 2007.

MEZGER, T.G. 2014. **The Rheology Handbook**. 4ed. Vincentz Network, Hannover, Germany.

NAVEED, M., BROWN, L. K., RAFFAN, A. C., GEORGE, T. S., BENGOUGH, A. G., ROOSE, T., ... & HALLETT, P. D. Plant exudates may stabilize or weaken soil depending on species, origin and time. **European journal of soil science**, v. 68, n. 6, p. 806-816, 2017.

PÉRTILE, P. et al. **Propriedades mecânicas em micro e mesoescala de solos do Rio Grande do Sul**. 2015. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

PÉRTILE, P. et al. Microstructural strength of four subtropical soils evaluated by rheometry: properties, difficulties and opportunities. **Scientia Agricola**, v. 75, n. 2, p. 154-162, 2018.

R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2015. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em: 12/07/18.

REICHERT, J. M.; REINERT, D. Coluna de areia para medir a retenção de água no solo–protótipos e teste. **Ciência Rural**, v. 36, n. 6, p. 1931 – 1935, nov-dez, 2006.

REN, X. et al. Aging effect of minerals on biochar properties and sorption capacities for atrazine and phenanthrene. **Chemosphere**, v. 206, p. 51-58, 2018.

SARFARAZ, Q. **Characterization of biochars derived from different animal manures and crop residues and their use in grain crops**. 2019. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

SARKER, T. C. et al. Linking organic matter chemistry with soil aggregate stability: Insight from ¹³C NMR spectroscopy. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 117, p. 175-184, 2018.

SHAABAN, Muhammad et al. A concise review of biochar application to agricultural soils to improve soil conditions and fight pollution. **Journal of environmental management**, v. 228, p. 429-440, 2018.

STEINER, C.; BAYODE, A. O.; RALEBITSO-SENIOR, T. Komang. Feedstock and production parameters: effects on biochar properties and microbial communities. In: **Biochar Application**. 2016. p. 41-54.

SUMNER, M. E. The electrical double layer and clay dispersion. In: Sumner, M.E., and B.A. Stewart (Eds.), **Soil crusting: chemical and physical processes**, Lewis Publishers, Boca Raton, FL, p. 1-31, 1992

SYSTAT SOFTWARE Inc. **Sigmaplot for Windows, version 12.1**. 2011. Disponível em: <http://www.sigmaplot./products/sigmaplot>. Acesso em: 09/12/18.

TEDESCO, M.J. et al. **Análise do solo, planta e outros materiais**. 2.ed. Porto Alegre: UFRGS, Departamento de Solos, 1995. 174p. (Boletim Técnico, 5).

TISDALL, J. M.; OADES, J_M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of soil science**, v. 33, n. 2, p. 141-163, 1982.

WINTER, Bodo. Linear models and linear mixed effects models in R with linguistic applications. **arXiv preprint arXiv:1308.5499**, 2013. Disponível em: <http://arxiv.org/pdf/1308.5499.pdf>. Acesso em: 05/12/18.

ZHANG, Zhikun et al. Insights into Biochar and Hydrochar Production and Applications: A Review. **Energy**, 2019.

ZONG, Y.; CHEN, D.; LU, S.. Impact of biochars on swell–shrinkage behavior, mechanical strength, and surface cracking of clayey soil. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 177, n. 6, p. 920-926, 2014.

ZONG, Y.; XIAO, Q.; LU, S. Acidity, water retention, and mechanical physical quality of a strongly acidic Ultisol amended with biochars derived from different feedstocks. **Journal of soils and sediments**, v. 16, n. 1, p. 177-190, 2016.

4. ESTUDO 2 - MUDANÇAS MICROESTRUTURAIS E TIXOTROPIA DE UM TYPIC HAPLUDULT COM BIOCHAR SOB CULTIVOS SUCESSIVOS

RESUMO

O biochar é um material produto da conversão termoquímica de biomassas. Esse material possui diversas propriedades dependendo da composição da matéria prima e da temperatura de fabricação. Estudos anteriores indicam o biochar como promissor para o uso como condicionador do solo. As pesquisas estão concentradas nos efeitos do biochar nas propriedades químicas do solo. Nas propriedades físicas e mecânica do solo, os impactos do biochar ainda são pouco investigados. Sabe-se que, em solos com minerais expansíveis, a adição de biochar aumentou a estabilidade microestrutural sob tensões oscilatórias. Entretanto, estudos indicam que, os efeitos da adição de compostos orgânicos na estabilidade e resiliência da microestrutura são dependentes da mineralogia do solo e da estrutura molecular do composto. Este estudo investiga se, a adição de diferentes tipos e quantidades de biochar, afeta estabilidade microestrutural e tixotropia de um Typic Hapludult sob cisalhamento oscilatório. Foram preparadas unidades experimentais com amostras de solo indeformadas em casa de vegetação. Cultivaram-se duas culturas (trigo e soja) nas unidades experimentais com adição de dois tipos de biochar (arroz e soja) em duas doses. Ao término dos cultivos, foram coletadas amostras deformadas em três camadas para condução de testes de varredura da amplitude com deformação controlada, testes de tixotropia, e análises de propriedades químicas do solo. As propriedades reológicas que caracterizam a degradação microestrutural e a resiliência do solo, sob tensões oscilatórias, foram submetidas a análises de variância, teste de comparação de médias, e testes de variância com modelos mistos. Os resultados mostraram que as propriedades reológicas de viscoelasticidade foram impactadas pela adição de biochar, principalmente na camada superficial do solo. As propriedades de cisalhamento não foram alteradas, com exceção do módulo de armazenamento. A resistência do solo, contra altas deformações, também foi afetada pelo biochar. Observa-se que o biochar, independentemente da dose ou tipo aplicado, reduziu a estabilidade e resistência da microestrutura do solo após os cultivos sucessivos. Todavia, são necessários mais estudos a campo, com mais repetições para o melhor entendimento do comportamento das propriedades reológicas, em solos com biochar.

Palavras chave: Propriedades reológicas, solos intemperizados.

MICROSTRUCTURAL CHANGES AND THIXOTROPY OF A TYPIC HAPLUDULT WITH BIOCHAR UNDER SUCESSIVE CROPS

ABSTRACT

Biochar is a material product of the thermochemistry conversion of biomasses. This material has specific properties, depending on the composition of the raw material and the manufacturing temperature. Previous studies indicate biochar as promising for the use as a soil conditioner. Research is focused on the effects of biochar on soil chemical properties. Regarding physical soil properties or mechanics of the soil, the impacts of biochar are still little investigated. It is known that in soils with expansive minerals, the addition of biochar increased the microstructural stability under oscillatory stress, however studies indicate that the effects of the addition of organic compounds on the stability and resilience of the microstructure depend on the soil mineralogy and the molecular structure of the compound. This study investigates whether the addition of different types and amounts of biochar affects microstructural stability and thixotropy of a Typic Hapludult under oscillatory shear. Experimental units were prepared with intact soil samples in a greenhouse. Two crops (wheat and soybean) were cultivated in the experimental units, with two types of biochar (rice and soybean) added in two doses. At the end of the cultivation, deformed samples were collected in three layers to conduct amplitude sweep tests with controlled strain, thixotropy tests, and analyzes of soil chemical properties. The rheological properties that characterize the microstructural degradation, and the soil resilience under oscillatory stress, were submitted to analysis of variance, test of comparison of means, and tests of variance with mixed models. Our results showed that the rheological properties of viscoelasticity were affected by the addition of biochar, mainly in the superficial layer of the soil. The shear properties were not altered, except for the storage modulus. The soil resistance against high deformations was also affected by biochar. We observed that biochar, regardless of the applied dose or type, reduced the stability and resistance of the soil microstructure after successive crops. But more field studies are needed, with more repetitions for a better understanding of the behavior of rheological properties in soils with biochar.

Keywords: Rheological properties, weathered soil.

4.1 INTRODUÇÃO

O biochar é um material produto da conversão termoquímica de biomassas, vegetais ou animais (STEINER et al. 2016; SHAABAN et al. 2018). Esse material tem alta área superficial específica, com grupos funcionais reativos, alta porosidade e alta capacidade de retenção de água (STEINER et al. 2016; ZHANG et al. 2019). Assim, estudos recentes indicam boas perspectivas para o uso do biochar como adsorventes de contaminantes orgânicos e metais pesados no solo e na água, e como condicionador de solo, para melhorar a qualidade física e química do solo para cultivos (STEINER et al. 2016; SHAABAN et al. 2018; ZHANG et al. 2019).

Como condicionador de solo o biochar pode melhorar as condições físicas do solo para o cultivo de plantas como: i) aumentar a retenção e disponibilidade de água para as plantas (BLANCO-CANQUI, 2017; JIEN et al. 2019; ii) aumentar a porosidade do solo (JIEN et al. 2019); e reduzir a densidade do solo (BURREL et al. 2016; PRANAGAL et al. 2017). No entanto, as pesquisas a respeito do uso de biochar como condicionador estrutural do solo, estão concentradas nos aspectos de retenção de água e caracterização do espaço poroso (BURREL et al. 2016; PRANAGAL et al. 2017; BLANCO-CANQUI, 2017; JIEN et al. 2019). Poucos estudos investigaram a contribuição do biochar para interação entre as partículas minerais e seu impacto no comportamento mecânico do solo.

Sabe-se que, os impactos da adição de biochar nas propriedades físicas do solo são dependentes da granulometria e mineralogia do solo, e do tipo e conteúdo de biochar aplicado (BLANCO-CANQUI, 2017; JIEN et al. 2019). Em macroescala o biochar pode causar a redução da coesão entre as partículas e resultar em menor resistência mecânica, de diferentes tipos de solo (ZONG et al. 2014; 2015). Em microescala, Ajayi et al. (2016) observaram que o biochar aumentou os pontos de contato entre as partículas, o que resultou em maior estabilidade microestrutural de um Calcic Gleysol. Entretanto, esses estudos em microescala se restringem a solos ricos em minerais 2:1, os quais se comportam mecanicamente muito diferentes, comparados aos solos mais intemperizados (MARKGRAF, 2006). Além disso, poucos estudos envolveram o fator cultivo que se aproxima das condições reais de campo, e não foram

quantificados os efeitos do biochar na capacidade do solo resistir e se recuperar (resiliência) de perturbações causadas por tráfego de máquinas e animais.

Os testes oscilatórios, como o Amplitude Sweep Test, são indicados para descrever o comportamento mecânico em microescala de materiais como o solo, e possuem a vantagem de simular condições (tensão-deformação) que ocorrem no tráfego de máquinas e animais (MARKGRAF, 2006). Assim, este estudo propôs investigar, se a adição de diferentes tipos e quantidades de biochar aumenta estabilidade microestrutural de um solo intemperizado, sob cisalhamento oscilatório, cultivado com cereais. E, se há efeitos positivos na resiliência e estabilidade da microestrutura, após cultivos sucessivos com adição de biochar.

4.2 MATERIAL E MÉTODOS

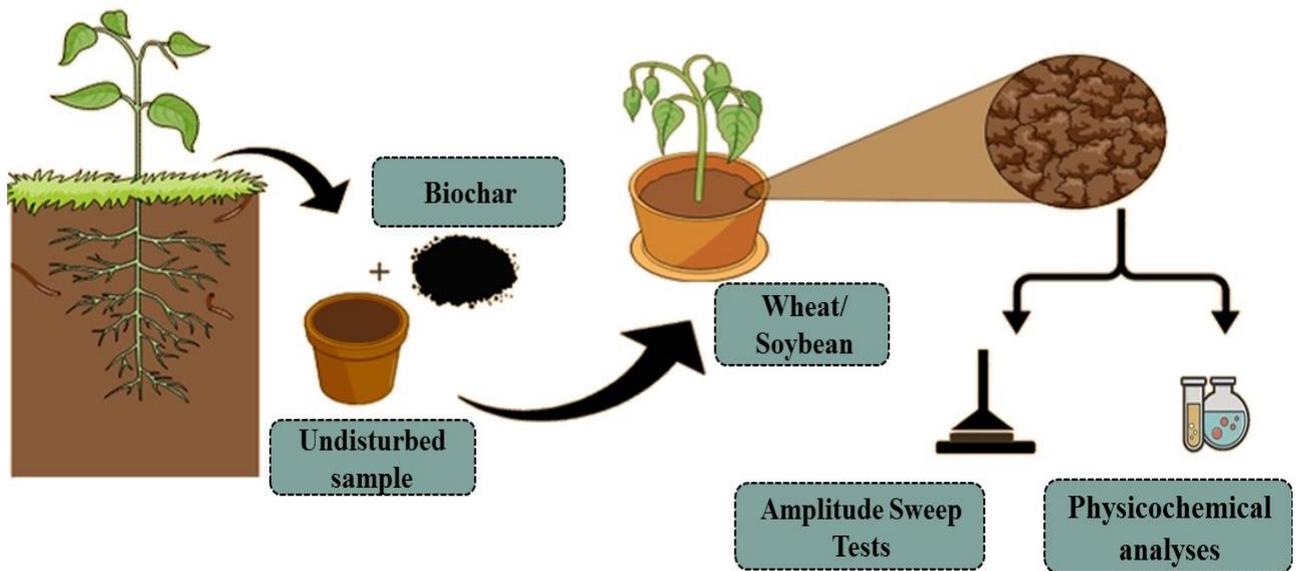
4.2.1 Design experimental e tratamentos

Este estudo foi conduzido em casa de vegetação, na área experimental do Departamento de Solos, da Universidade Federal de Santa Maria. O solo estudado foi um Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult), coletado na área experimental do departamento de solos da Universidade Federal de Santa Maria, conforme descrito no Estudo I. O experimento seguiu o delineamento experimental inteiramente casualizado, foram avaliados dois tipos de biochar, provenientes de diferentes matérias primas (palha de arroz e de soja), e duas doses: 33.5 e 67 g por cilindro, equivalente a 10 e 20 t ha⁻¹, respectivamente. As doses foram avaliadas separadamente, não como um fator. Para a confecção das unidades experimentais foram coletadas amostras indeformadas no horizonte superficial do Argissolo Vermelho-Amarelo por meio de cilindros de PVC (diâmetro: 0,2 m; altura: 0,25 m; volume: 0,008 m³). As amostras foram coletadas em locais onde não haviam cultivos, ou trânsito de máquinas, para não comprometer a acurácia os resultados.

Nos tratamentos com biochar, não houve a incorporação do mesmo, simulando condições de plantio direto, somente, mobilizaram-se 0.03 m de solo para o plantio de trigo no inverno (Abril/Julho 2017) e soja no verão (Novembro/ Janeiro, 2017-18). Durante os cultivos foram realizados tratamentos culturais convencionais para cada cultura, como irrigação, aplicação de defensivos (controle de pulgão) (SARFARAZ, 2019). Ao todo 15 unidades experimentais

foram preparadas, 5 tratamentos (1 tratamento controle), com três repetições (Figura 4.1). Os tratamentos preparados foram: BC_Rice10, cultivo com aplicação de 10 t ha⁻¹ de biochar de arroz; BC_Rice20, cultivo com aplicação de 20 t ha⁻¹ de biochar de arroz, BC_Soybean10, cultivo com aplicação de 10 t ha⁻¹ de biochar de soja, BC_Soybean20, cultivo com aplicação de 20 t ha⁻¹ de biochar de soja; Control: cultivo sem aplicação de biochar.

Figura 4-1 – Preparação, condução e coleta de amostras no experimento II.



As coletas de amostras de solo deformadas foram realizadas na fase reprodutiva da cultura da soja, em três profundidades (0,00-0,05; 0,05-0,10; 0,10-0,15 m). As amostras foram secas ao ar e passadas em peneiras de 2 mm para condução do teste de varredura de amplitude e tixotropia, além das análises para caracterização química do solo.

4.2.2 Análises de solo

4.2.2.1 Análises Propriedades Químicas

As análises das propriedades químicas do solo após os cultivos com adição de biochar, nas camadas avaliadas, foram realizadas por Sarfaraz (2019), nos Laboratórios de Química e Fertilidade do solo – Universidade Federal de Santa Maria. Foram determinados os teores de

cátions trocáveis (Ca^{+2} , Mg^{+2} e Al^{+3}) extraídos por solução de KCl 1 mol L^{-1} , tores de K^+ e P disponível extraído por Mehlich 1 (TEDESCO, 1995), e o pH em água na relação 1:2,5 (EMBRAPA, 2011). Os teores de C total e N total foram determinados na fração terra fina seca ao ar (TFSA) macerada, em autoanalisador CHNS, por combustão seca, no Laboratório de Microbiologia do Solo.

4.2.2.2 Testes Reológicos

Testes de varredura de amplitude

Os testes de varredura de amplitude (TVA) foram conduzidos em um reômetro rotacional modular compacto (Anton Paar MCR 102), com sistema de medição de duas placas paralelas, a placa superior medindo 25 mm de diâmetro (Mezger, 2016). As configurações do teste seguiram as recomendações de Markgraf (2006), como descrito no Estudo I.

A partir das relações de tensão – deformação no TVA, são dados os parâmetros de degradação da rigidez da estrutura: módulo de armazenamento no início do TVA (G' inicial); deformação no final do intervalo viscoelástico linear (γ_{LVE}); tensão de cisalhamento no final do intervalo viscoelástico linear (τ_{LVE}); deformação no ponto de escoamento (γ_{YP}); módulos de armazenamento e perda no ponto de escoamento (G_{YP}). Os parâmetros calculados após a condução dos testes foram tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}); e integral z.

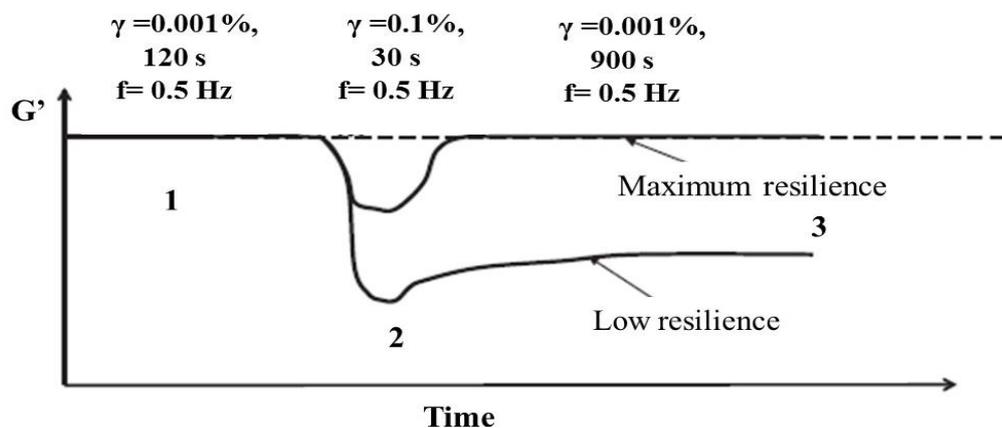
O solo coletado nas camadas foi peneirado de modo a obter a Terra Fina Seca ao Ar (TFSA), e compactado em anéis de volume conhecido ($9,78 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$) de modo a padronizar a densidade em $1,53 \text{ Mg m}^{-3}$. Foram preparadas três replicadas para cada amostra coletada no fim do experimento. Após a compactação da TFSA, nos anéis, as replicatas foram saturadas por capilaridade com água destilada, durante 48 h, e submetidas ao potencial matricial de -10 kPa em colunas de areia (REINERT e REICHERT, 2006) para posterior condução dos testes no reômetro. Para os testes no reômetro as amostras eram preparadas imediatamente antes do teste, conforme relatado no Estudo I. As propriedades reológicas foram calculadas usando o software Reoplus/32 v 3.62, foram descartados os três primeiros pontos de medição, em razão da baixa sensibilidade do reômetro no início dos testes (PÉRTILE et al., 2018). Antes e depois dos testes de varredura de amplitude, foram coletadas amostras para determinação da umidade do solo.

Com objetivo de reduzir erros nos dados obtidos no TVA, foram excluídos dos resultados, amostras com a perda de umidade durante o TVA, superiores a 10%.

Testes Tixotropia

O preparo das amostras para os testes de tixotropia seguiu as mesmas especificações da seção anterior. A configuração do teste de resiliência baseou-se nas recomendações de Barré e Hallett (2009) com algumas adaptações. Nos testes conduzidos por Barré e Hallett (2009), a tensão de cisalhamento foi controlada e a deformação resultante medida. Todavia, nos testes (TVA) realizados nesse estudo, a deformação foi controlada e a tensão de cisalhamento medida, o que permite analisar, comparar diferentes solos. Assim, para os testes de tixotropia desse estudo, optou-se por fixar as deformações, ou seja, foi aplicado uma baixa deformação, anterior a deformação no final do intervalo viscoelástico linear (0,001%), durante 120 s. Em sequência houve a aplicação de alta deformação, acima da deformação no final do intervalo viscoelástico linear (0,1%) por 30 s e por último a aplicação de uma baixa deformação novamente (0,001%), durante 900 s. A duração da última fase do teste de resiliência foi ampliada buscando-se valores mais estáveis de G' , para o cálculo da capacidade de recuperação estrutural do solo, cessado a alta deformação aplicada (Figura 4.2).

Figura 4.2 – Relação entre o modulo de armazenamento(G') e o tempo durante a condução do teste de tixotropia. 1) aplicação de uma baixa deformação (0.001%); 2) aplicação de uma alta deformação (0.1%), em um curto período (decréscimo da rigidez microestrutural); 3) aplicação de uma baixa deformação, recuperação da estrutura da amostra após stress.



Fonte: adaptado de Barré e Hallett (2009)

As condições de *gap*, força normal, frequência angular dos testes de tixotropia, foram as mesmas especificadas na tabela 4.3, citada anteriormente. A recuperação da amostra (resiliência) após remoção da alta deformação aplicada é dada pela equação 4.1:

$$\text{Resiliência (\%)} = G' (\text{após alta deformação}) / G' (\text{no início do teste}) * 100 \quad (4.1)$$

A resposta do solo a alta deformação aplicada no teste de tixotropia, é calculada pela equação 4.2, (GRIFFTIS et al. 2015).

$$\text{Resistência} = G' (\text{no início do teste, } \gamma=0,001\%) / G' (\text{na deformação } 0,1\%) \quad (4.2)$$

Para um melhor entendimento do comportamento e fácil visualização dos efeitos da alta deformação aplicada, na perda de rigidez estrutural, foi calculada a perda de rigidez (%), em relação ao G' inicial. Isto é, a de redução de G' em situações de alto stress estrutural (alta deformação), equação 4.3.

$$\text{Perda de rigidez (\%)} = G' (\text{na deformação } 0,1\%) / G' (\text{no início do teste}) * 100 \quad (4.3)$$

4.2.3 Análises estatísticas

Os parâmetros reológicos obtidos nos testes TVA e de resiliência, foram submetidos análise de normalidade (teste de Shapiro-Wilk), homocedasticidade (Bartlett), análise de variância (ANOVA), no software R (R CORE TEAM, 2015), pacote Expdez.pt. Foi aplicado teste de comparação de médias (Teste de Tukey, pacote Expdez.pt), análise de correlação de Pearson e plotagem de gráficos no software Sigmaplot 12.1 (SYSTAT SOFTWARE Inc, 2011).

Com o objetivo de atenuar os efeitos das fontes de variação não controladas no experimento (força normal e composição do solo nas unidades experimentais), realizamos testes estatísticos utilizando modelos lineares mistos, precisamente o modelo apresentado por Winter (2013). Os modelos lineares mistos se diferenciam dos modelos lineares, por alterarem a parte probabilística ou estocástica do modelo, adicionando partes, tornando-a mais complexa.

No modelo misto são adicionados efeitos aleatórios “Random effects”, que essencialmente estruturam o termo de erro (ϵ) (WINTER, 2013). No caso do modelo utilizado nesse estudo (equação 4.4), adicionamos um random effect para ‘força normal’ e outro para ‘conteúdo total de carbono nos cilindros, em cada camada avaliada’ e isso caracteriza as variações que são individuais nas unidades experimentais e repetições. O conteúdo total de carbono foi escolhido como um random effect, pois este pode representar a variação na estrutura de cada amostra como resultado da presença do biochar. A força normal como random effect caracteriza a variação da força vertical aplicada no solo no início dos testes de varredura da amplitude. Para informações detalhadas sobre a dinâmica dos modelos lineares mistos utilizados nesse estudo ver Winter (2013).

Variável dependente \sim tratamento + camada + (1|força normal) + (1|conteúdo de carbono) + ϵ
(4.4)

O melhor modelo ajustado foi separando as doses estudadas, permanecendo como efeitos fixos, os tratamentos e as camadas. Assim, foram analisados separadamente os conteúdos de biochar aplicado, no software R, pacote lme4 (BATES, MAECHLER E BOLKER, 2012).

4.3 RESULTADOS

4.3.1 Testes de varredura de amplitude

Os valores de p e coeficientes de variação para as propriedades reológicas investigadas, estão indicados na Tabela 4.1. Optamos por analisar individualmente as diferentes doses de biochar e as camadas coletadas nas unidades experimentais, após os cultivos. O tratamento controle (sem biochar) foi o mesmo para cada dose (10 e 20 t ha⁻¹) adicionada de biochar.

Usando os testes da estatística paramétrica como ferramenta na análise das propriedades reológicas nesse experimento, observamos que os valores de p não foram significativos para a maioria das variáveis, exceto quando analisamos separadamente, os efeitos da adição de 10 t ha⁻¹ de biochar, na primeira camada, para as propriedades γ LVE e integral z.

Tabela 4.1 – Coeficientes de variação e valores de p obtidos para as propriedades reológicas de um Typic Hapludult cultivado com e sem aplicação de biochar.

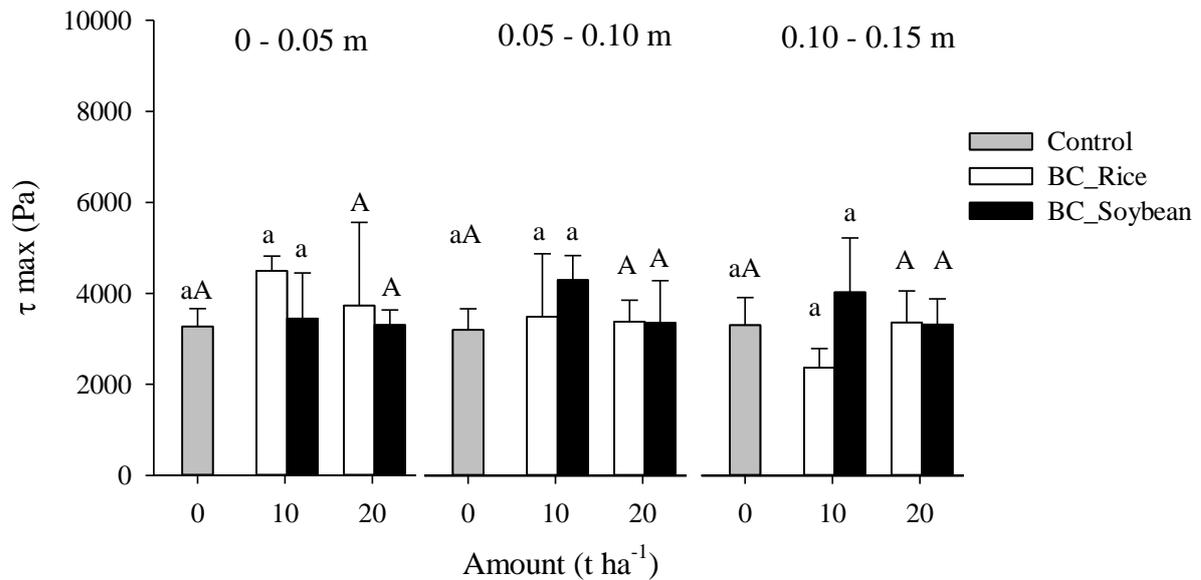
	Propriedades Reológicas													
	γ LVE		τ LVE		τ max		integral z		G' inicial		GYP		γ YP	
Camada	0 - 0.05 m													
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.0	NHV	0.08	NHV	0.1	0.8	0.01	NHV	0.0	0.0	0.01	0.4	0.05	0.1
CV (%)	6.8	67.1	11.7	52.7	17.3	31.8	12.2	12.1	10.8	13.0	29.2	71.5	8.4	8.8
Camada	0.05 - 0.10 m													
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.1	0.6	0.2	0.9	0.3	0.9	0.6	NHV	0.1	0.9	-	-	-	-
CV (%)	6.7	14.2	19.7	27.5	24.4	19.7	14.4	34.7	17.7	39.6	-	-	-	-
Camada	0.10 - 0.15 m													
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.5	0.5	0.09	0.7	0.11	0.9	0.1	0.7	0.1	0.6	-	-	-	-
CV (%)	6.8	7.2	19.4	15.3	25.0	18.7	8.7	26.2	19.7	17.5	-	-	-	-

¹ NHV: variância não homogênea de acordo com o teste de Bartlett a 5% de significância.

Outro resultado importante são os elevados coeficientes de variação obtidos para as propriedades reológicas, principalmente nos tratamentos com aplicação de 20 t ha⁻¹ de biochar. Os valores obtidos para as propriedades reológicas γ LVE, τ LVE e integral z, nos tratamentos com 20 t ha⁻¹ de biochar, na primeira camada, não atenderam os pressupostos para o uso dos testes paramétricos (ANOVA).

A aplicação de biochar no solo não resultou em efeitos significativos no comportamento da τ max, tanto para 10, como para 20 t ha⁻¹ adicionados ao solo, Figura 4.3. Também não foram observados efeitos significativos (modelo linear misto e testes paramétricos) da adição de biochar no solo, no comportamento da propriedade reológica τ max.

Figura 4.3 – Tensão máxima de cisalhamento (τ_{max}) de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.



¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade

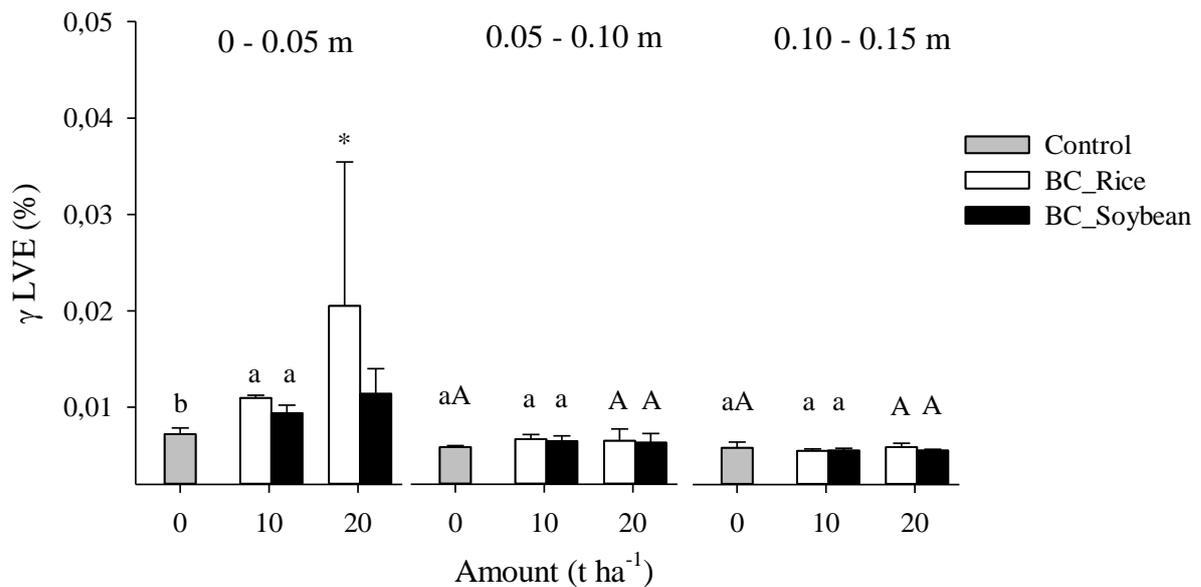
Em relação ao comportamento elástico do solo em função dos tratamentos, observamos que γ LVE foi prolongada significativamente com a adição de biochar, esse resultado foi evidenciado tanto pelos testes paramétricos (para dose de 10 t ha⁻¹, na primeira camada), como pelo modelo linear misto (Figura 4.5).

Houve uma redução significativa ($\chi^2(2)=40.99$, $p= 1.25e^{-9}$) de 0.0014 no valor de γ LVE (Figura 4.4) no tratamento controle comparado BC_Rice10. Esse comportamento também foi observado para as camadas avaliadas, as quais tem efeito significativo nos valores de γ LVE. Os valores de γ LVE observados na camada de 0.05 – 0.10 m em relação aos encontrados a 0 – 0.05 m, reduzem aproximadamente em 0.0028, e os valores obtidos na camada 0.10 – 0.15 m, reduzem 0.0035 (Figura 4.4).

Os testes (modelo linear misto) não indicaram diferenças significativas entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20, BC_Soybean20). São evidenciados apenas efeitos

significativos relativos a camada avaliada, nos quais, os valores de γ LVE decresceram com o aumento da profundidade.

Figura 4.4 – Deformação no fim do intervalo viscoelástico linear (γ LVE) de um Typic Hapludult com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.

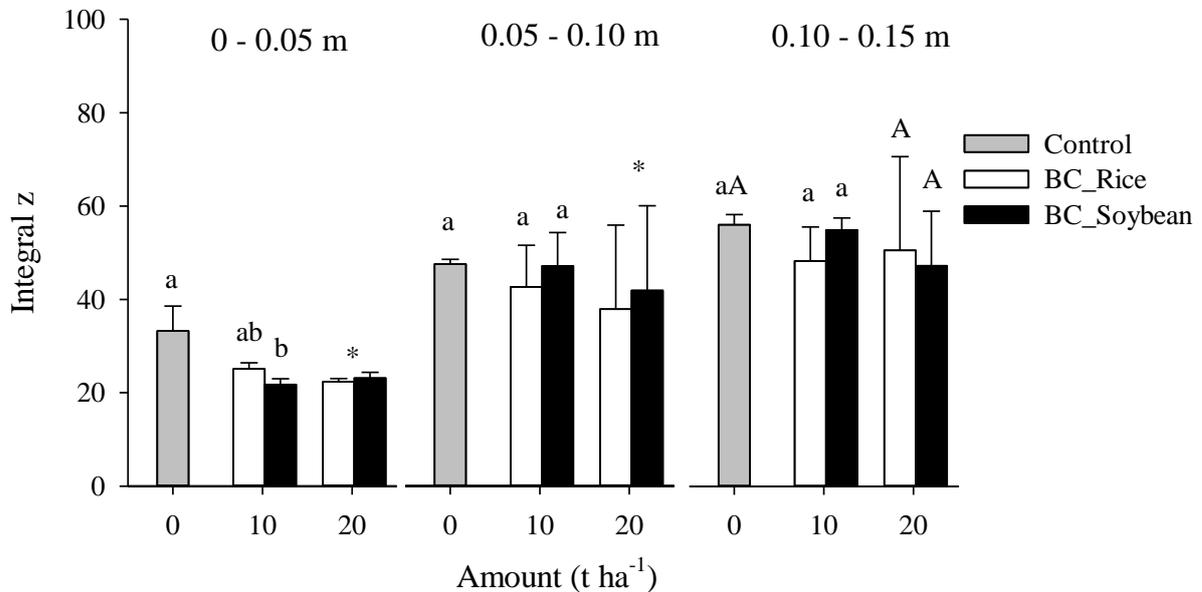


¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade. * variância não homogênea.

A propriedade, integral z, foi afetada significativamente pela adição de biochar (Figura 4.5). Os testes ANOVA e Tukey foram significativos somente quando analisados os tratamentos na dose, 10 t ha⁻¹, na camada de 0 – 0.05 m.

Os valores de integral z foram significativamente (teste de Tukey, $p < 0,05$) maiores no tratamento sem biochar (intz=33.23), comparado ao tratamento BC_Soybean (intz=21.73). Ou seja, a adição de biochar de soja reduziu a estabilidade microestrutural do solo. A integral z, no tratamento BC_Rice (intz=25.10), não se diferenciou do tratamento controle, e do tratamento BC_Soybean.

Figura 4.5 – Integral z de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.



¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade.

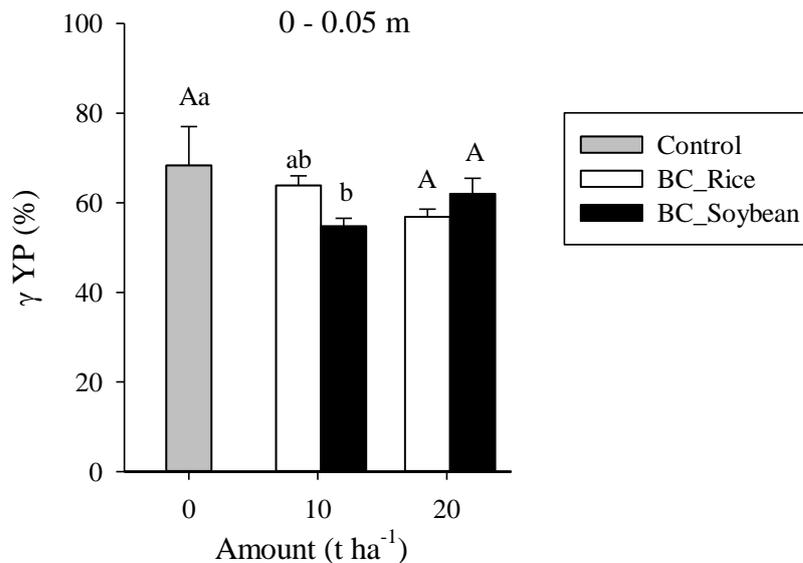
Os resultados obtidos pelo modelo linear misto, também estão em concordância com os resultados dos testes paramétricos, para os tratamentos na dose, 10 t ha⁻¹. A adição de biochar de arroz, reduz 7.51 do valor de integral z (Comparado ao tratamento controle). Em relação as camadas avaliadas, houve um incremento significativo na integral z, com o aumento da profundidade. O valor de integral z aumenta 27.37, na última camada avaliada, comparado a primeira.

Não são observadas diferenças significativas (testes modelo linear misto) entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20, BC_Soybean20), na dose de 20 t ha⁻¹. Os testes indicam um efeito significativo das camadas avaliadas, seguindo as mesmas tendências dos resultados obtidos para a dose de 10 t ha⁻¹. Os valores de integral z foram muito variáveis entre as repetições, mesmo no tratamento controle, como observado na figura 4.5.

As amostras de solo coletadas na camada de 0.10 – 0.15 m, em todos os tratamentos, indicaram nos testes de varredura de amplitude elevada estabilidade microestrutural do solo. Durante os testes a maioria das amostras de solo, para essa camada avaliada, não atingiram o

colapso estrutural ($G'' > G'$), também chamado de ponto de escoamento (*yield point*), o que evidencia elevada estabilidade da estrutura (Figura 4.6).

Figura 4.6 – Deformação no ponto de escoamento (γ_{YP}) de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.

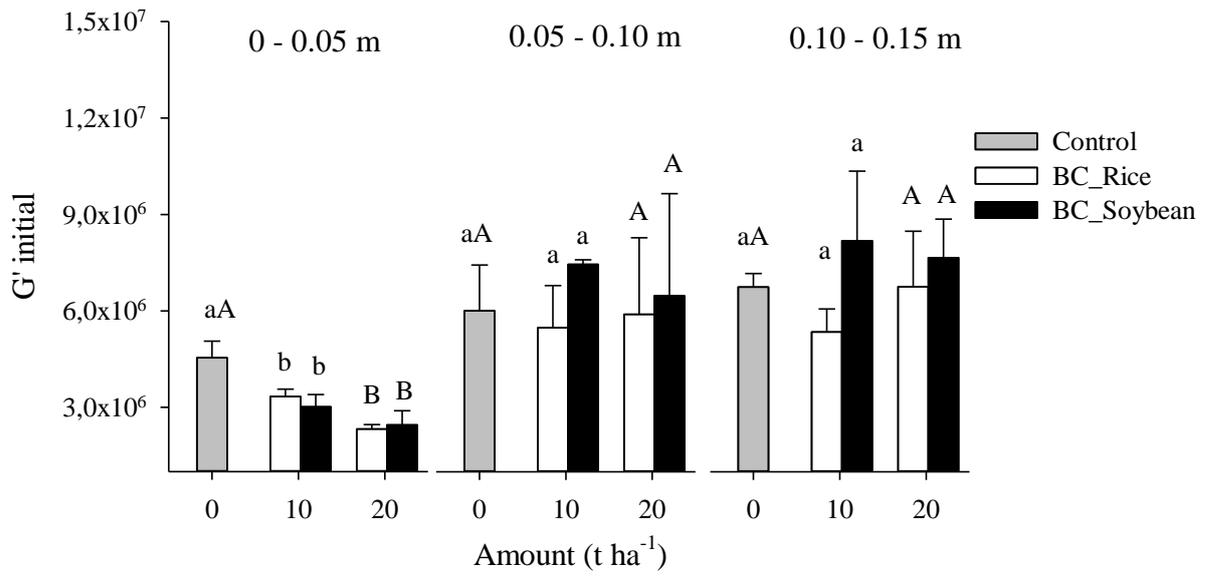


¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade.

Na camada de 0 – 0.05 m foram observados efeitos mais pronunciados da adição de biochar, na deformação do solo no ponto de escoamento (γ_{YP}). Nos tratamentos com biochar o ponto de escoamento foi atingindo em níveis de deformação menores, como mostrado pela redução significativa nos valores de γ_{YP} . Ou seja, a estrutura do solo com biochar, foi irreversivelmente danificada, e iniciou o fluxo (comportamento de fluido) em deformações menores, que o solo sem adição de biochar. Na figura 4.6, estão plotados a γ_{YP} em função da quantidade de biochar aplicado, somente para a camada de 0 – 0.05m, uma vez que, muitas amostras nas camadas de 0.05-0.10 e 0.10 -0.15 m, não atingiram o ponto de escoamento no TVA, como mencionado anteriormente.

Outra propriedade reológica afetada pela adição de biochar, foi o G' inicial (Figura 4.7). Houve uma redução significativa de G' , na camada de 0 - 0.05 m, nos tratamentos com adição de biochar, independentemente do tipo e dose de biochar aplicado.

Figura 4.7 – Modulo de armazenamento no início do teste de varredura de amplitude de um Typic Hapludult, com adição de diferentes tipos e quantidades de biochar.



¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade.

Não foram observados efeitos dos tratamentos nas outras camadas avaliadas. Nota-se uma maior variabilidade de G' , entre as repetições e tratamentos, nas camadas de 0.05 – 0.10 e 0.10 – 0.15 m.

As propriedades químicas do solo, avaliadas após os cultivos, estão descritas na Tabela 4.2. Os valores de pH variaram entre 4.46 e 7.0, no tratamento controle foram observados os valores mais baixos. Nos tratamentos com biochar, principalmente na camada de 0 – 0.05 m, os valores de pH são maiores, atingindo o máximo (7.0) no tratamento BC_Rice20.

Tabela 4.2 – Propriedades químicas do Argissolo Vermelho-Amarelo (Typic Hapludult) nas unidades experimentais após cultivos sucessivos com biochar em casa de vegetação.

Treatments ³	Chemical properties						
	pH	C ¹	N ²	K	Ca	Mg	Al
	-	%		mg kg ⁻¹		cmol _c dm ⁻³	
0 - 0.05 m							
Control	4.4±0,26	1.62± 0.55	0.14±0.04	15.2±1	0.26±0.02	1.49±0.15	6.79±0.64
BC_rice10	5.7±0.08	2.51± 0.35	0.15±0.01	105.6±11	0.79±0.04	1.74±0.24	2.24±0.29
BC_rice 20	7.0±1.81	3.12± 1.24	0.14±0.04	248.6±13	0.76±0.03	1.77±0.04	1.39±0.12
BC_soybean10	6.1±0.06	2.70± 0.51	0.17±0.03	42.0±6	0.97±0.11	3.03±0.29	0.96±1.81
BC_soybean 20	6.4±0.05	4.19± 0.63	0.23±0.01	38.3±8	1.11±0.12	3.68±0.29	1.43±0.18
0.05 - 0.10 m							
Control	4.9±0.09	0.78± 0.06	0.07±0.01	14.3±1.	0.25±0.10	1.41±0.36	5.02±0.27
BC_rice10	5.1±0.03	0.86± 0.12	0.08±0.01	114.6±17	0.10±0.05	0.92±0.10	7.91±0.24
BC_rice 20	5.3±0.12	0.94± 0.09	0.09±0.01	267.6±14	0.89±0.54	0.87±0.20	6.06±1.74
BC_soybean10	5.1±0.06	0.76± 0.10	0.07±0.01	29.67±6	0.20±0.11	1.28±0.19	6.13±1.81
BC_soybean 20	5.1±0.08	0.98± 0.20	0.09±0.02	31.0±14	2.31±0.91	1.64±0.60	6.71±1.5
0.10 - 0.15 m							
Control	4.8±0.07	0.60± 0.01	0.05±0.0	0.7±0.1	0.15±0.05	1.30±0.23	8.72±0.18
BC_rice10	5.1±0.05	0.64± 0.06	0.05±0.0	60.0±1	0.11±0.05	0.94±0.18	10.19±0.00
BC_rice 20	5.0±0.10	0.68± 0.09	0.05± 0.01	121.0±28	0.13±0.05	1.08±0.04	10.80±0.48
BC_soybean10	5.0±0.01	0.63± 0.0	0.05± 0.0	19.0±3	0.12±0.04	1.30±0.18	9.72±0.20
BC_soybean 20	5.1±0.01	0.67± 0.0	0.05± 0.0	26.6±8	1.32±1.0	1.99±1.35	12.42±0.07

FONTE: (SARFARAZ, 2019). ¹Conteúdo total de carbono; ²Conteúdo total de nitrogênio; ³Control: tratamento sem adição de biochar; BC_Rice10: adição de 10 t ha⁻¹ de biochar de arroz; BC_Rice20: adição de 20 t ha⁻¹ de biochar de arroz; BC_Soybean10: adição de 10 t ha⁻¹ de biochar de soja; BC_Soybean20: adição de 20 t ha⁻¹ de biochar de arroz.

Os teores de Ca e Mg, fracamente adsorvidos no solo, também aumentaram com a adição de biochar, porém, isso foi observado somente para camada de 0 – 0.05 m. Para os teores de K e P fracamente adsorvidos, nota-se um incremento maior de K no solo com biochar de arroz, em relação aos demais tratamentos, esse comportamento se repete para todas as camadas. Os teores de P, foram relativamente maiores nos tratamentos com biochar, variando entre 48.51 e 7.87 mg kg⁻¹.

Houve redução nos teores de Al³⁺ nos tratamentos com adição de biochar, porém, nas camadas de 0.05 – 0.10 e 0.10 -0,15 m, esse efeito não foi observado. Os coeficientes de

correlação de Pearson (r), indicam uma forte correlação positiva significativa entre os teores de Al e as propriedades integral z, G' inicial e γ YP, na camada de 0 – 0.05 m (Tabela 4.3).

Tabela 4.3 – Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades reológicas, propriedades químicas e força normal no início dos testes de varredura da amplitude.

Rheological properties	Chemical Properties and Normal force						
	F _n ¹	C content ²	K	Ca	Mg	Al	pH
0 - 0.05 m							
γ LVE	0.52*	0.68**	0.61**	0.30 ^{ns}	0.03 ^{ns}	-0.38 ^{ns}	0.24 ^{ns}
τ LVE	0.71***	0.38 ^{ns}	0.34 ^{ns}	-0.03 ^{ns}	-0.24 ^{ns}	0.01 ^{ns}	-0.17 ^{ns}
γ YP	0.25 ^{ns}	0.38 ^{ns}	-0.40 ^{ns}	-0.59**	-0.39 ^{ns}	0.71***	-0.53*
τ max	0.89***	0.48 ^{ns}	0.22 ^{ns}	0.20 ^{ns}	-0.03 ^{ns}	-0.15 ^{ns}	0.09 ^{ns}
GYP	0.59**	0.71**	0.46 ^{ns}	0.45**	0.07 ^{ns}	-0.46***	0.19 ^{ns}
Integral z	0.10 ^{ns}	-0.63***	-0.47*	-0.83***	-0.55*	0.91***	-0.64***
G' initial	0.03 ^{ns}	-0.78***	-0.59**	-0.82***	-0.54*	0.91***	-0.71***
0.05 - 0.10 m							
γ LVE	0.00 ^{ns}	0.43 ^{ns}	0.29 ^{ns}	0.12 ^{ns}	0.17 ^{ns}	-0.18 ^{ns}	0.32 ^{ns}
τ LVE	0.69**	-0.37 ^{ns}	-0.18 ^{ns}	-0.15 ^{ns}	-0.21 ^{ns}	0.22 ^{ns}	-0.10 ^{ns}
γ YP	-0.33 ^{ns}	-0.00 ^{ns}	-0.20 ^{ns}	-0.35 ^{ns}	0.04 ^{ns}	-0.27 ^{ns}	-0.22 ^{ns}
τ max	0.73***	-0.12 ^{ns}	-0.02 ^{ns}	-0.13 ^{ns}	-0.12 ^{ns}	0.25 ^{ns}	0.04 ^{ns}
GYP	0.14 ^{ns}	0.55*	0.73***	0.27 ^{ns}	-0.29 ^{ns}	-0.12 ^{ns}	0.73***
Integral z	0.32 ^{ns}	-0.31 ^{ns}	-0.29 ^{ns}	-0.20 ^{ns}	-0.06 ^{ns}	0.37 ^{ns}	-0.36 ^{ns}
G' initial	0.67**	-0.42 ^{ns}	-0.13 ^{ns}	-0.06 ^{ns}	-0.25 ^{ns}	0.32 ^{ns}	-0.02 ^{ns}
0.10 - 0.15 m							
γ LVE	0.40 ^{ns}	0.15 ^{ns}	0.14 ^{ns}	-0.12 ^{ns}	-0.01 ^{ns}	-0.22 ^{ns}	-0.25 ^{ns}
τ LVE	0.85***	-0.20 ^{ns}	-0.19 ^{ns}	0.20 ^{ns}	-0.00 ^{ns}	0.10 ^{ns}	-0.03 ^{ns}
γ YP	-0.32 ^{ns}	-0.19 ^{ns}	0.39 ^{ns}	0.13 ^{ns}	0.26 ^{ns}	-0.10 ^{ns}	-0.13 ^{ns}
τ max	0.79***	-0.25 ^{ns}	-0.18 ^{ns}	0.11 ^{ns}	-0.04 ^{ns}	-0.05 ^{ns}	-0.08 ^{ns}
GYP	-0.02 ^{ns}	0.46 ^{ns}	0.18 ^{ns}	0.12 ^{ns}	-0.31 ^{ns}	-0.00 ^{ns}	-0.16 ^{ns}
Integral z	0.08 ^{ns}	-0.81***	-0.39 ^{ns}	-0.19 ^{ns}	0.27 ^{ns}	-0.30 ^{ns}	-0.3 ^{ns}
G' initial	0.70***	-0.28 ^{ns}	-0.23 ^{ns}	0.23 ^{ns}	-0.02 ^{ns}	0.13 ^{ns}	-0.00 ^{ns}

¹Força Normal no início do teste de varredura de amplitude; ²Conteúdo total de carbono. *significante a 5% (p<0.05), ** significante a 1% (p<0.01), *** significante a 0.1% (p<0.001). ns: não significativo.

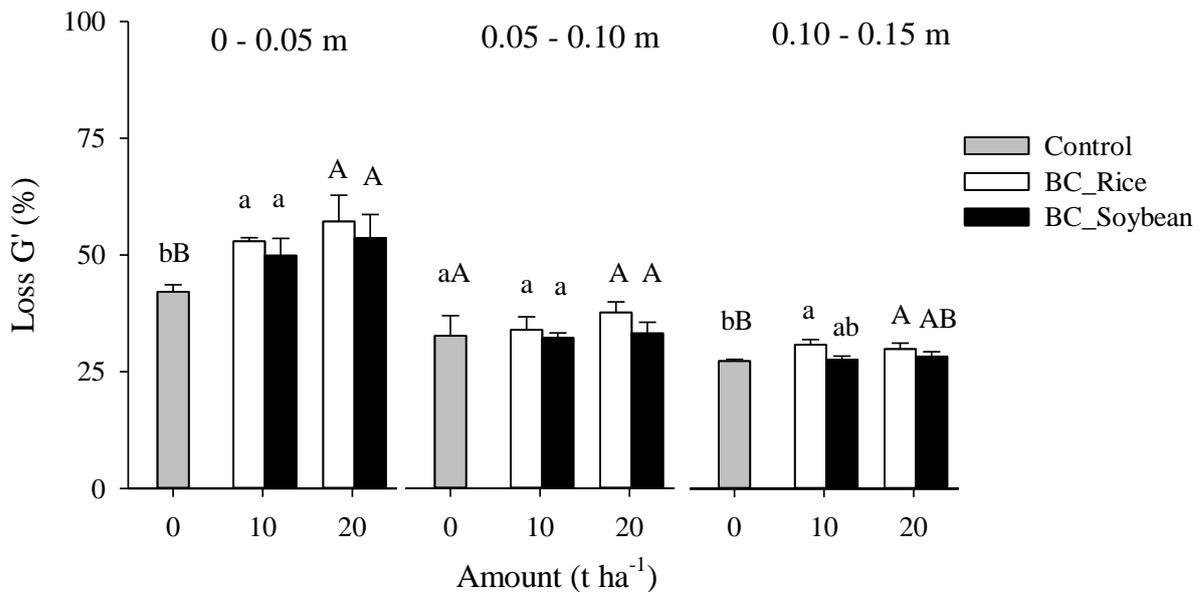
O aumento nos teores de Ca, Mg e K impactaram negativamente as propriedades integral z, G' inicial e γ YP. Na camada de 0 – 0.05 m, foram observadas fortes correlações negativas entre essas variáveis. Também houve forte correlação negativa entre as propriedades reológicas integral z, G' inicial, γ YP, pH e conteúdo total de carbono, na camada de 0 – 0.05 m. Por sua vez, o conteúdo total de carbono e os teores de K correlacionaram-se positivamente com a γ LVE. Os dados da tabela 4.3, ainda revelaram uma forte correlação significativa entre as propriedades reológicas e a força normal no início dos testes de varredura de amplitude. Principalmente, para as propriedades τ LVE, τ max, G' inicial, cujos coeficientes de correlação de Pearson variaram entre, 0.697 a 0.898 nas três camadas avaliadas. Entre as propriedades γ YP, γ LVE e a força normal, não houve correlação significativa.

4.3.2 Testes de resiliência

Foram observados efeitos significativos nos tratamentos, apenas nas propriedades resistência e perda de rigidez. A perda de rigidez %, representa em porcentagem, a redução no valor de G', quando aplicado uma alta deformação (situação de stress). Menores valores indicam uma perda menor da rigidez estrutural, em situações de stress. A adição de biochar aumentou significativamente a perda de rigidez estrutural, na camada de 0 -0.05 e 0.10 – 0.15 m, independente da dose aplicada (Figura 4.8).

Na camada de 0 -0.5 m, observamos que em situações de stress, o G' reduziu 53% do seu valor inicial, no tratamento BC_Rice, 49.9% no tratamento BC_Soybean e 42.1 no tratamento controle. Ou seja, a aplicação de biochar resultou em uma perda maior de rigidez estrutural do solo em situações de alto stress. Quando a dose de biochar aumentou para 20 t ha⁻¹, o mesmo comportamento ocorreu, a perda de rigidez (redução no valor de G') foi maior nos tratamentos BC_Rice20 e BC_Soybean20, 57.2 e 53.7 %, respectivamente.

Figura 4.8 – Perda de rigidez (%) de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress.

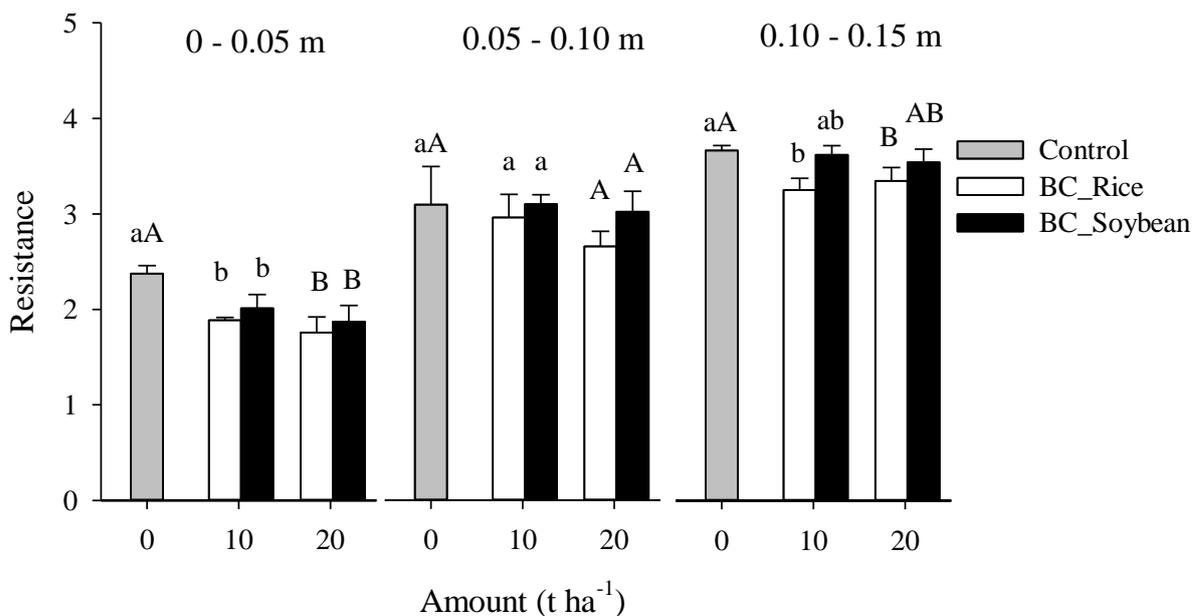


¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade.

Os efeitos da adição de biochar, na perda de rigidez, não foram significativos na segunda camada (0.05 -0.10 m). Na camada de 0.10 -0.15 m, são observadas diferenças entre os tratamentos, nos tratamentos com biochar, observa-se maiores valores de perda de rigidez, independentemente da quantidade aplicada. Os testes com modelos mistos, também, indicaram um aumento significativo da perda de rigidez nos tratamentos com adição de biochar, independentemente da dose aplicada. Quando comparados os tratamentos BC_Rice10 e controle, há aumento significativo ($\chi^2(2) = 13.68$, $p = 0.001$) de 5.2% na perda de rigidez estrutural do solo em BC_Rice10. Em relação as camadas avaliadas, houve uma redução significativa ($\chi^2(2) = 65.95$, $p = 5.5e-15$) na perda de rigidez com o incremento da profundidade, esse comportamento foi observado em ambas as doses avaliadas. A perda de rigidez foi menor em 19.8% na camada 0.10 -0.15, em comparação à camada 0 -0.5 m.

Os valores de resistência em função das doses e tipos de biochar aplicados estão plotadas na figura 4.9. Após o uso de biochar, independentemente do tipo e dose, houve redução significativa da resistência do solo a altas deformações (situação de stress). Na primeira camada, não houve distinção entre os tipos de biochar aplicado, porém, na camada de 0.10 -0.15 m, a resistência foi significativamente menor no tratamento BC_Rice, com adição de 10 t ha⁻¹ de biochar. Na dose de 20 t ha⁻¹ o tratamento BC_Rice20, não se diferenciou estatisticamente do tratamento BC_Soybean20.

Figura 4.9 – Resistência de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress oscilatório.

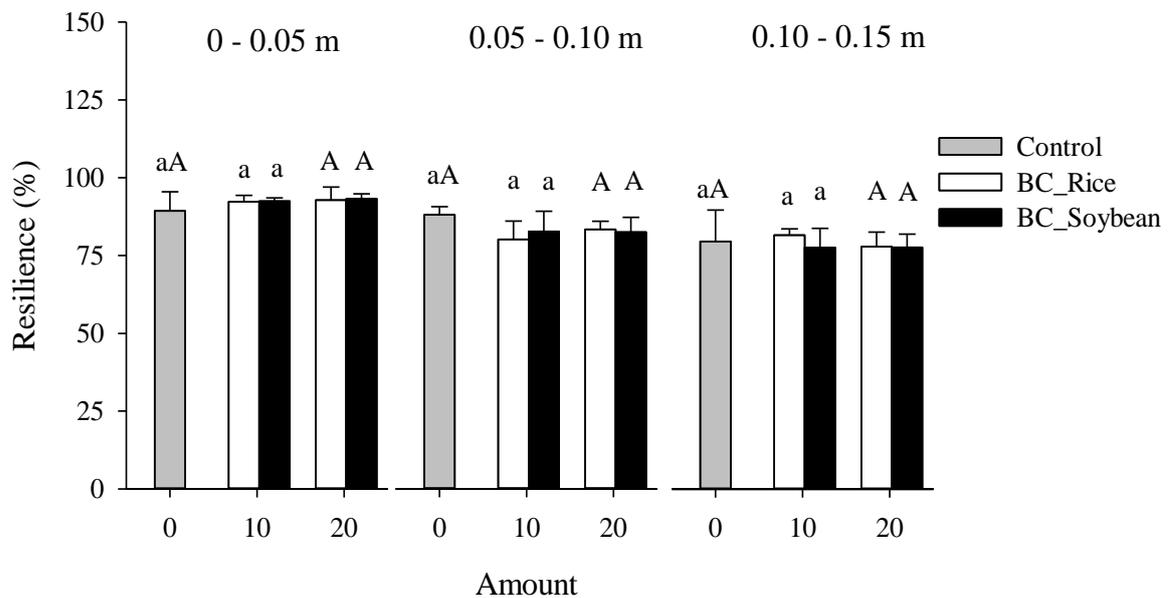


¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade. ² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade. * variância não homogênea.

Os resultados dos testes com modelos mistos, estão em concordância com os testes paramétricos, houve uma redução significativa da resistência do solo após adição de biochar. Também, pôde-se observar incremento significativo da resistência com o aumento da profundidade. O valor de resistência foi maior 1.45 na camada 0.10 -0.15, em comparação à camada 0 -0.5 m. Quanto à propriedade resiliência, não foram observadas diferenças

significativas entre os tratamentos, em todas as doses avaliadas, ou seja, o solo com e sem biochar recupera-se de um stress de maneira semelhante (Figura 4.10).

Figure 4.10 – Resiliência de um Typic Hapludult com e sem adição de biochar, sob stress oscilatório.



¹ letras minúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice e BC_soybean) para a quantidade de 10 t ha⁻¹, para a mesma profundidade.

² letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$), entre os tratamentos (Controle, BC_Rice20 e BC_soybean20) para a quantidade de 20 t ha⁻¹ para a mesma profundidade.

A resiliência foi significativamente ($\chi^2(2) = 26.02$, $p = 2.25e^{-6}$) menor com o incremento da profundidade. A resiliência foi menor em 12.5% na camada 0.10 -0.15, em comparação à camada 0 -0.5 m. Para a propriedade resiliência foi observado alta variação entre as repetições (Figura 4.10), em todas as camadas e tratamentos avaliados.

Os coeficientes de variação e os valores de p obtidos para as propriedades resiliência, resistência e perda de rigidez, nos diferentes tratamentos e camadas avaliadas, estão indicados na Tabela 4.4. As propriedades reológicas calculadas após os ensaios de resiliência, não tiveram alta variabilidade, coeficientes de variação ficaram entre 2.72 e 9.46 %.

Tabela 4.4 – Coeficientes de variação e valor de p, das propriedades reológicas obtidas nos testes de resiliência.

	Propriedades Reológicas					
	Resiliência		Resistência		Perda de rigidez	
	0 - 0.05 m					
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.5420	0.3117	0.0022	0.0042	0.0033	0.0137
CV (%)	3.24	3.71	4.67	7.18	4.83	8.68
	0.05 - 0.10 m					
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.6082	0.4118	0.7882	0.1989	0.7921	0.1773
CV (%)	7.02	5.12	9.02	9.46	9.18	9.03
	0.10 - 0.15 m					
Dose (t ha ⁻¹)	10	20	10	20	10	20
p - valor	0.1143	0.8441	0.0033	0.0423	0.0032	0.0455
CV (%)	5.67	6.34	2.72	3.34	2.81	3.45

Observando os coeficientes de correlação de Pearson entre as propriedades reológicas, obtidas nos testes de resiliência, e as propriedades químicas do Typic Hapludult, após os cultivos, nota-se correlação significativa entre o conteúdo total de carbono e a resiliência, porém, houve forte correlação negativa significativa entre conteúdo total de carbono e resistência. Houve correlação positiva entre perda de rigidez e conteúdo total de carbono. Somente na camada de 0.10 -0.15, não foram observadas correlações entre essas variáveis.

Correlações significativas entre as propriedades reológicas e químicas foram observadas principalmente na camada de 0 – 0.05m. Os teores de Ca, Al, K, e o pH na primeira camada, tiveram correlação significativa com as propriedades resistência e perda de rigidez. Os coeficientes indicam relação direta entre as propriedades químicas e a perda de rigidez, e relação inversa entre as propriedades químicas e a resistência do solo. Entre a resiliência, pH e teores de Ca, houve correlação direta significativa apenas na camada de 0 -0.05 m

Tabela 4.5 - Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as propriedades químicas e propriedades reológicas obtidas nos testes de resiliência.

Propriedades Reológicas	Propriedades Químicas					
	C content ¹	K	Ca	Mg	Al	pH
0 - 0.05 m						
Resilience	0.24 ^{ns}	0.394 ^{ns}	0.484*	0.317 ^{ns}	-0.425 ^{ns}	0.503*
Resistance	-0.741***	-0.684**	-0.818***	-0.438 ^{ns}	0.845***	-0.672***
Loss G	0.711***	0.7**	0.77***	0.392 ^{ns}	-0.794***	0.634**
0.05 - 0.10 m						
Resilience	0.32 ^{ns}	0.229 ^{ns}	-0.079 ^{ns}	-0.029 ^{ns}	0.006 ^{ns}	0.047 ^{ns}
Resistance	-0.537*	-0.527*	-0.243 ^{ns}	0.083 ^{ns}	-0.102 ^{ns}	-0.458 ^{ns}
Loss G	0.512*	0.543*	0.237 ^{ns}	-0.120 ^{ns}	0.089 ^{ns}	0.449 ^{ns}
0.05 - 0.10 m						
Resilience	-0.041 ^{ns}	0.108 ^{ns}	-0.274 ^{ns}	-0.137 ^{ns}	-0.096 ^{ns}	-0.101 ^{ns}
Resistance	-0.393 ^{ns}	-0.692**	-0.088 ^{ns}	0.176 ^{ns}	-0.408 ^{ns}	-0.471 ^{ns}
Loss G	0.377 ^{ns}	0.680**	0.065 ^{ns}	-0.187 ^{ns}	0.394 ^{ns}	0.471 ^{ns}

¹Conteúdo total de carbono. *significante a 5% (p<0.05), ** significante a 1% (p<0.01), *** significante a 0.1% (p<0.001). ns: não significativo.

4.4 DISCUSSÃO

A partir da relação tensão – deformação, obtidas no TVA, sob tensões de cisalhamento oscilatório, são calculadas as propriedades reológicas que caracterizam a degradação da rigidez microestrutural do solo. Algumas propriedades do solo, como a granulometria e/ou conteúdo de matéria orgânica, podem afetar de maneira diferente as propriedades reológicas (BATISTÃO, 2018). Assim, para facilitar o entendimento dos mecanismos que afetam as propriedades reológicas, podemos separá-las em dois grupos: as propriedades de cisalhamento (G' inicial, τ LVE, τ max, e GYP), e as propriedades de viscoelasticidade (γ LVE, γ YP e integral z).

4.4.1 Influência do biochar nas propriedades reológicas de cisalhamento e viscoelasticidade do solo

4.4.1.1 Propriedades reológicas de viscoelasticidade

As propriedades de viscoelasticidade foram significativamente afetadas pela adição de biochar, nas duas doses aplicadas. De maneira geral, os impactos do biochar ficaram restritos a camada de 0 – 0.05 m, provavelmente, devido a não incorporação desse composto no solo, que ficou concentrado na superfície e pouco infiltrou no solo. Como evidenciado por outros autores, o biochar fica restrito a camada superficial do solo (PRANAGAL et al. 2017).

Em relação ao intervalo viscoelástico linear (LVE), podemos notar que a adição de biochar no solo, prolongou significativamente o LVE (Figura 4.4). As forças que estão envolvidas na ligação entre as partículas em baixas deformações, como no LVE, são de curto alcance, como as forças de van der Waals. Em solos argilosos, com minerais expansíveis é comum observar maior comportamento puramente elástico, em relação aos solos com óxidos e minerais 1:1, demonstrados pelos altos valores de γ_{LVE} . Nesses solos com argilas expansíveis, o carbono orgânico e os cátions presentes na solução do solo e nas superfícies das argilas, estabelecem fortes ligações, que estabilizam a estrutura e aumentam o comportamento elástico (MARKGRAF, 2006; PÉRTILE et al. 2018). Mas, essas condições não ocorrem no solo estudado em nosso trabalho, e provavelmente esse aumento do comportamento elástico pode estar relacionado com a atividade biológica de raízes e microrganismos no solo (exsudatos), uma vez que, as condições químicas do solo com biochar, favorecem o crescimento e desenvolvimento das culturas (SHAABAN et al. 2018).

Em altas deformações o solo com biochar, atingiu o colapso estrutural (ponto de escoamento YP) mais cedo, que o solo sem biochar, como mostrado pelos baixos valores de γ_{YP} , obtidos na camada de 0 – 0.05 m, nos tratamentos com biochar, na dose de 10 t ha⁻¹. Esse efeito, ficou restrito a camada superficial, onde o biochar se concentrou, enquanto nas camadas posteriores a maioria das amostras não atingiu o ponto de escoamento, o que indica elevada estabilidade da microestrutura. Pértile (2015) e Pértile et al. (2018) também já observaram ausência de ponto de escoamento em diferentes solos mais intemperizados. Os óxidos presentes nesses solos, são fortes agentes estabilizantes da microestrutura (MARKGRAF et al. 2007;

PÉRTILE et al. 2018). Também, observamos que a adição de biochar (10 t ha^{-1}) no solo, reduziu a integral z, na camada 0 – 0.05 m. A propriedade reológica, integral z descreve a razão entre deformações elásticas e plásticas (HOLTHUSEN et al. 2017). As deformações no LVE, pouco contribuem para o cálculo da integral z, esta propriedade é influenciada principalmente por deformações maiores, e tem maior similaridade com o ponto de escoamento (γ_{YP}), do que o LVE (HOLTHUSEN et al. 2017).

A diminuição da estabilidade da microestrutura do solo com biochar sob tensões oscilatórias, mostrada pela integral z, e pela γ_{YP} , pode estar relacionada com a diminuição da coesão, da força entre as partículas no solo. A razão para tal comportamento do biochar na mecânica do solo, pode estar associado à interação entre argila e biochar. Ao adicionar biochar no solo, há a formação de complexos do tipo Argila- C_{BIOCHAR} , que reduz o contato direto entre argila-argila e conseqüentemente a coesão entre as partículas é enfraquecida (ZONG et al. 2014; 2015; REN et al. 2018).

Ajayi et al. (2016) encontraram resultados divergentes aos nossos em relação a estabilidade microestrutural, sob tensões oscilatórias. Estes autores verificaram, que adição de biochar de madeira, após 150 dias de incubação, aumentou a integral z e a estabilidade da microestrutura de um Calcic Gleysol. Cabe ressaltar que, as condições de solo e tipo de matéria prima do biochar, foram muito diferentes dos utilizados nesse estudo. O Typic Hapludult, investigado em nosso trabalho, é um solo mais intemperizado, ácido, com baixa capacidade de troca catiônica, enquanto o Calcic Gleysol é um solo rico em minerais 2:1, possui alta capacidade de troca catiônica, pH elevado, e alto conteúdo de CaCO_3 .

4.4.1.2 Propriedades reológicas de cisalhamento

Os resultados mostraram que as propriedades de cisalhamento, exceto o G' inicial, após 6 meses de cultivos, com aplicação de biochar, não foram alteradas, independentemente do tipo e da quantidade de biochar aplicado.

O G' representa o comportamento elástico do solo, é uma medida da energia armazenada pela amostra durante o processo de cisalhamento, e após a remoção da tensão/deformação aplicada, esta energia disponível permite a recuperação parcial ou total da estrutura deformada (MEZGER, 2014). A adição de biochar no solo reduziu o G' inicial, nas

duas doses avaliadas (Figura 4.8). Essa redução da rigidez pode ser relacionada a redução de contatos diretos entre partículas minerais, causado pela adição de biochar no solo, como discutido anteriormente.

As propriedades de cisalhamento são fortemente impactadas pela fricção das partículas que compõe o solo, o conteúdo de água e forças de cimentação (HOLTHUSEN et al. 2010; BAUMGARTEN, 2013). Os impactos do biochar nas propriedades de cisalhamento podem ter sido mascarados pela variabilidade dos dados. Houve alta variação nos valores obtidos para τ_{max} e τ_{LVE} . Assim, pode-se inferir que a τ_{max} e τ_{LVE} foram mais sensíveis as mudanças nas condições do solo estudado (estrutura, composição) e a força normal aplicada nos ensaios.

A alta variação nos resultados das propriedades reológicas em cada unidade experimental, esteve associada aos métodos de preparo do experimento. As unidades experimentais foram preparadas em cilindros, com amostras de solo de estrutura preservada, e nos tratamentos com adição de biochar não houve incorporação do mesmo para o cultivo dos grãos. Assim, antes da aplicação do biochar as amostras já apresentavam variações na estrutura, resultando em alta variação no comportamento mecânico do solo em microescala após a adição de biochar, revelado pelas propriedades reológicas de cisalhamento. O conteúdo de carbono (dados não mostrados), que pode ser relacionado ao biochar aplicado, variou entre as unidades experimentais, o que indica uma distribuição/infiltração não uniforme do biochar nos cilindros.

Outra fonte de variação, são os testes realizados no reômetro (Amplitude Sweep Tests), conduzidos sem força normal controlada, e como já observado em outros estudos, a força normal tem influência sobre as propriedades reológicas (HOLTHUSEN et al. 2017; PÉRTILE et al. 2018). Holthusen et al. (2017) encontraram resultados semelhantes aos obtidos em nosso estudo. Com o incremento da força normal, há o aumento no valor das propriedades de cisalhamento. No entanto, é necessário destacar que, a composição do solo tem mais influência no comportamento das propriedades reológicas, do que a densidade do solo e a força normal nos testes, como demonstrados nos estudos de Holthusen et al. (2017) e Pértile et al. (2018).

4.4.2 Testes de Tixotropia

Os resultados indicaram que a aplicação de biochar reduziu a resistência e aumentou a perda de rigidez do solo, ou seja, o solo tornou-se menos resistente, mais suscetível a stress

(aplicação de forças externas) (Figuras 4.8 e 4.9). Isso demonstra um enfraquecimento da estrutura, o que concorda com os resultados encontrados para integral z e G' inicial. O biochar reduziu a coesão, a força de atração entre as partículas. No entanto, pode-se observar um comportamento interessante do solo com adição de biochar, mesmo este deformando-se em maior extensão (maior perda de rigidez), a recuperação da estrutura ocorreu de tal maneira, que não houve diferenças estruturais (resiliência), comparado ao solo sem biochar no final dos testes de tixotropia. Em outros trabalhos, a adição de compostos orgânicos como, polissacarídeos, aumentou a resiliência e a viscosidade da microestrutura, contudo esse efeito é dependente da estrutura molecular do composto aplicado e da mineralogia do solo (BARRÉ e HALLETT 2009). Os biochares utilizados em nosso estudo, são compostos principalmente de grupos funcionais aromáticos (Dados não mostrados), esses grupos são mais hidrofóbicos e conferem ao biochar pouca reatividade e maior persistência no solo.

A composição química do material orgânico no solo, é muito importante no processo de agregação do solo (ABIVEN et al. 2009; SARKER et al. 2018). Segundo o conceito de Monier, os compostos orgânicos que aumentam a estabilidade dos agregados, são divididos em três grupos, i) os que tem tempo de efeito máximo de um mês na estabilidade, como compostos lábeis (moléculas simples); ii) efeito de máxima estabilidade entre 1 e 3 meses, correspondente a maioria dos materiais orgânicos adicionados no solo, como resíduos vegetais; iii) efeito de máxima estabilidade de agregados, após o terceiro mês, longos tempos de incubação ou sob condições de campo, (compostos húmicos, compostagem) (ABIVEN et al. 2009).

Os grupos funcionais aromáticos (C-aromático), presentes no biochar, tiveram correlação negativa com a estabilidade de agregados, em experimentos de incubação avaliados por Sarker et al. (2018). Segundo os autores, o biochar de palha de milho, não afetou a agregação de diferentes Andosols, justificado pela alta rigidez da rede aromática, e poucos grupos funcionais com oxigênio presentes no biochar. Assim, os resultados encontrados nos diversos trabalhos envolvendo a adição de compostos orgânicos no solo, e seus efeitos na estabilidade estrutural, concordam com as teorias de Tisdall e Oades (1982). Os compostos orgânicos, como polissacarídeos, formam complexos com os argilominerais, por pontes de cátions, ou fortes ligações envolvendo troca de ligantes com óxidos, e isso estabiliza os microagregados no solo. Esses compostos lábeis são pouco persistentes no solo, e são conhecidos como agentes ligantes transientes (TISDALL e OADES 1982).

4.4.3 Mudanças nas propriedades químicas e efeitos na estabilidade e resiliência da microestrutura

Os resultados para as propriedades químicas do solo após a adição de biochar, foram semelhantes aos encontrados e discutidos no estudo I. Os efeitos na resistência e perda de rigidez também foram similares aos observados para as propriedades reológicas. De maneira geral os resultados, mostraram forte correlação negativa entre as propriedades reológicas que indicam rigidez, viscoelasticidade da estrutura e os teores de Ca, Mg e carbono total no solo (Tabela 4.3; e 4.5). Esse resultado ocorreu devido ao biochar propriamente, como discutido no estudo I, e nos tópicos anteriores.

Em trabalhos que relacionaram a adição de compostos orgânicos e o comportamento mecânico do solo sob tensões oscilatórias, foram observadas tendências, contrárias as encontradas em nosso estudo, como discutido no tópico anterior. A composição do material orgânico e a composição do solo, são fatores que influenciam os efeitos dessa adição na estrutura do solo. Materiais ricos em C-aromático, são mais estáveis e persistentes no solo, mas seus efeitos na agregação são poucos, ou não se manifestam, enquanto compostos simples e lábeis, como os exsudatos microbianos e radiculares, exibem um efeito rápido e forte no fortalecimento da estrutura, seja em macro ou em microescala (BARRÉ e HALLETT 2009; ABIVEN et al. 2009; SARKER et al. 2018)

4.5 CONCLUSÕES

Apesar dos efeitos benéficos do biochar nas propriedades químicas do solo, após cultivos sucessivos com adição de biochar, independentemente da quantidade e tipo de matéria prima, houve redução da estabilidade microestrutural do solo, sob tensões de cisalhamento oscilatórias. A resistência do solo contra perturbações (stress) também diminuiu com a adição de biochar, independentemente do conteúdo aplicado, ou seja, o solo se tornou mais suscetível a deformação, porém, a capacidade de recuperação do solo após stress foi maior nos solos com biochar. Os efeitos do biochar nas propriedades mecânicas do solo em microescala ficaram restritas a camada superficial (0 – 0.05 m).

As propriedades de viscoelasticidade foram mais impactadas pela adição de biochar, enquanto os resultados das propriedades de cisalhamento não ficaram explícitos. Assim, são recomendadas pesquisas de campo de longa duração, envolvendo mais tipos de biochares, mais repetições em campo e melhores condições de controle da força normal durante os testes de varredura da amplitude.

REFERÊNCIAS

- ABIVEN, S. et al. Dynamics of aggregate stability and biological binding agents during decomposition of organic materials. **European Journal of Soil Science**, v. 58, n. 1, p. 239-247, 2007.
- AJAYI, A. E.; HOLTHUSEN, D.; HORN, Rainer. Changes in microstructural behaviour and hydraulic functions of biochar amended soils. **Soil and Tillage Research**, v. 155, p. 166-175, 2016.
- BARRÉ, P.; HALLETT, P. D. Rheological stabilization of wet soils by model root and fungal exudates depends on clay mineralogy. **European Journal of Soil Science**, v. 60, n. 4, p. 525-538, 2009.
- BATES, D.M., MAECHLER, M., e BOLKER, B. lme4: Linear mixed-effects models using Eigen and Eigen. R package version 0.999999-0, 2012.
- BATISTÃO, A. C. **Inter-relações das propriedades físico-químicas e mineralógicas com a reologia de solos amazônicos, salinos e orgânicos**. 2018. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.
- BAUMGARTEN, W. **Soil microstructural stability as influenced by physicochemical parameters and its environmental relevance on multiple scales**. 2013. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.
- BLANCO-CANQUI, Humberto. Biochar and soil physical properties. **Soil Science Society of American Journal**, v. 81, n. 4, p. 687-711, 2017.
- BURRELL, L. D. et al. Long-term effects of biochar on soil physical properties. **Geoderma**, v. 282, p. 96-102, 2016.
- EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: EMBRAPA Solos, 2011. 230 p.

GRIFFITHS, B. S. HALLETT, P. D., DANIELL, T. J., HAWES, C., SQUIRE, G. S., MITCHELL, S. M. Probing soil physical and biological resilience data from a broad sampling of arable farms in Scotland. **Soil use and management**, v. 31, n. 4, p. 491-503, 2015.

HOLTHUSEN, D., PÉRTILE, P., REICHERT, J. M., & HORN, R. Controlled vertical stress in a modified amplitude sweep test (rheometry) for the determination of soil microstructure stability under transient stresses. **Geoderma**, v. 295, p. 129-141, 2017.

HOLTHUSEN, D. ; PETH, S.; HORN, Rainer. Impact of potassium concentration and matric potential on soil stability derived from rheological parameters. **Soil and Tillage Research**, v. 111, n. 1, p. 75-85, 2010.

JIEN, Shih-Hao. Physical Characteristics of Biochars and Their Effects on Soil Physical Properties. In: **Biochar from Biomass and Waste**. Elsevier, 2019. p. 21-35.

MARKGRAF, Wibke. **Microstructural changes in soils rheological investigations in soil mechanics**. 2006. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.

MARKGRAF, Wibke et al. Influence of organic matter on rheological properties of soil. **Applied Clay Science**, v. 64, p. 25-33, 2012.

MARKGRAF, W.; HORN, R. Scanning electron microscopy–energy dispersive scan analyses and rheological investigations of South-Brazilian soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 71, n. 3, p. 851-859, 2007.

MEZGER, T.G. 2014. **The Rheology Handbook**. 4ed. Vincentz Network, Hannover, Germany.

PÉRTILE, P. et al. **Propriedades mecânicas em micro e mesoescala de solos do Rio Grande do Sul**. 2015. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

PÉRTILE, P. et al. Microstructural strength of four subtropical soils evaluated by rheometry: properties, difficulties and opportunities. **Scientia Agricola**, v. 75, n. 2, p. 154-162, 2018.

PRANAGAL, J. et al. Effect of biochar application on the physical properties of Haplic Podzol. **Soil and Tillage Research**, v. 174, p. 92-103, 2017.

R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2015. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em: 12/07/18.

REICHERT, J. M.; REINERT, D. Coluna de areia para medir a retenção de água no solo–protótipos e teste. **Ciência Rural**, v. 36, n. 6, p. 1931 – 1935, nov-dez, 2006.

REN, X. et al. Aging effect of minerals on biochar properties and sorption capacities for atrazine and phenanthrene. **Chemosphere**, v. 206, p. 51-58, 2018.

SARFARAZ, Q. **Characterization of biochars derived from different animal manures and crop residues and their use in grain crops**. 2019. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

SARKER, T. C. et al. Linking organic matter chemistry with soil aggregate stability: Insight from ^{13}C NMR spectroscopy. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 117, p. 175-184, 2018.

SHAABAN, Muhammad et al. A concise review of biochar application to agricultural soils to improve soil conditions and fight pollution. **Journal of environmental management**, v. 228, p. 429-440, 2018.

STEINER, C.; BAYODE, A. O.; RALEBITSO-SENIOR, T. Komang. Feedstock and production parameters: effects on biochar properties and microbial communities. In: **Biochar Application**. 2016. p. 41-54.

SYSTAT SOFTWARE Inc. **Sigmaplot for Windows, version 12.1**. 2011. Disponível em: <http://www.sigmaplot.com/products/sigmaplot>. Acesso em: 09/12/18.

TEDESCO, M.J. et al. **Análise do solo, planta e outros materiais**. 2.ed. Porto Alegre: UFRGS, Departamento de Solos, 1995. 174p. (Boletim Técnico, 5).

TISDALL, J. M.; OADES, J_M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of soil science**, v. 33, n. 2, p. 141-163, 1982.

WINTER, Bodo. Linear models and linear mixed effects models in R with linguistic applications. **arXiv preprint arXiv:1308.5499**, 2013. Disponível em: <http://arxiv.org/pdf/1308.5499.pdf>. Acesso em: 05/12/18.

ZHANG, Zhikun et al. Insights into Biochar and Hydrochar Production and Applications: A Review. **Energy**, 2019.

ZONG, Y.; CHEN, D.; LU, S.. Impact of biochars on swell–shrinkage behavior, mechanical strength, and surface cracking of clayey soil. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 177, n. 6, p. 920-926, 2014.

ZONG, Y.; XIAO, Q.; LU, S. Acidity, water retention, and mechanical physical quality of a strongly acidic Ultisol amended with biochars derived from different feedstocks. **Journal of soils and sediments**, v. 16, n. 1, p. 177-190, 2016.

5. DISCUSSÃO GERAL

Esse estudo mostrou os impactos da adição de diferentes tipos e conteúdo de biochar na estabilidade e resiliência da microestrutura de um solo intemperizado. Em pouco tempo de estudo não foi possível ver alterações nas propriedades de viscoelasticidade, como mostrado no Estudo I. No Estudo II, com pouco mais de seis meses de duração, alterações nas propriedades reológicas de viscoelasticidade começaram a ser significativas, mas isso ficou restrito a camada superficial de 0 – 0.05 m. Holthusen et al. (2010) observaram que o tempo de equilíbrio, de diferentes solos com KCl, afetaram as propriedades reológicas, nos tratamentos com maior tempo de equilíbrio houve um fortalecimento maior das propriedades de resistência ao cisalhamento e maior comportamento viscoelástico. O tempo de incubação, ou contato com compostos, parece ser importante no comportamento das propriedades reológicas. Estudos de longa duração (166 anos) indicaram um incremento significativo da estabilidade microestrutural, integral z, de um Chromic Luvisol provocado pela adição de compostos orgânicos (esterco). Em curto prazo, os polissacarídeos, que possuem rápida decomposição no solo, também causaram um aumento da rigidez e resiliência microestrutural de diferentes solos.

Os procedimentos de preparos dos estudos I e II foram muito diferentes, enquanto no experimento mostrado no Estudo I temos condições mais homogêneas de solo e a incorporação de biochar, no experimento do Estudo II, a composição e estrutura do solo coletado para o preparo das unidades experimentais são variadas, isto é o biochar não foi incorporado, e houve o cultivo de grãos por seis meses nos cilindros com solo com estrutura preservada. Assim, no experimento com cultivos, foram encontrados mais problemas devido à alta variabilidade das propriedades reológicas entre as repetições através da heterogeneidade do próprio solo, o que possivelmente mascarou os efeitos do biochar nas propriedades reológicas de cisalhamento. A composição do solo exerce grande influência nas propriedades reológicas, a distribuição não uniforme das partículas nas amostras, ou mesmo a presença de materiais orgânicos, como raízes promovem um comportamento de deformação heterogêneo do solo, desta forma é um desafio trabalhar com amostras de estrutura preservada nos testes de varredura da amplitude (HOLTHUSEN et al. 2017; PÉRTILE et al. 2018).

Além disso, nos testes de varredura de amplitude conduzidos nos estudos I e II a força normal não foi controlada, o que causou mais variação nos resultados obtidos nos experimentos realizados. Segundo Holthusen et al. (2017) a força normal tem impacto significativo, no comportamento mecânico do solo sob tensões de cisalhamento oscilatórias, mensuradas em um reômetro. Assim, para estudos futuros a respeito dos efeitos do biochar na microestrutura do solo, sugere-se maior atenção a força normal empregada nos testes, ainda não se tem estudos com recomendações de força normal controlada, para solos alterados com materiais orgânicos. Outro fator importante é a densidade do solo no preparo das amostras. Em razão da alta porosidade do biochar as amostras não comportaram densidades maiores que 1.53 Mg m^{-3} (valor mais próximo do observado em campo), no experimento com 20 t ha^{-1} de biochar. Mesmo que o valor de densidade tenha sido o mesmo em todos os anéis preparados, o grau de compactação foi diferente, o que também pode interferir nos resultados obtidos no teste de varredura da amplitude, conforme descrito por Pértile (2015) e Holthusen et al. (2017). Ainda não há pesquisas com modelos, para a estimativa do grau de compactação de solos alterados com materiais porosos, como o biochar.

Em ambos os experimentos, as propriedades reológicas nos solos com aplicação de biochar, indicam um enfraquecimento da coesão entre as partículas, e a redução significativa da resistência do solo ao cisalhamento (Estudo I), e redução da viscoelasticidade, rigidez e resistência microestrutural do solo (Estudo II). Não foram observadas diferenças significativas relacionadas a matéria prima de origem do biochar, os materiais utilizados, conferiram ao biochar maior presença de grupos funcionais aromáticos (dados não mostrados), e maior persistência no solo, como demonstrado pela baixa mineralização de carbono (Estudo II), seria indicado em trabalhos futuros, avaliar mais tipos de biochares, oriundos de diferentes biomassas vegetais e animais.

Trabalhos envolvendo os impactos do uso de biochar na mecânica do solo, seja em macro ou em microescala, ainda são poucos. Em macro escala, Zong et al. (2014) e (2015), mostraram que adição de diferentes biochares, reduzem a resistência tênsil e a coesão entre as partículas, devido a redução do contato argila-argila, provocado pelo biochar, tanto em solos mais intemperizados, como em solos ricos em minerais 2:1. Os resultados observados em microescala sob tensões oscilatórias nos estudos I e II, revelam tendências semelhantes aos resultados encontrados por Zong et al. (2015). Em microescala, os resultados encontrados por

Ajayi (2016), demonstraram que o biochar de madeira aumentou a estabilidade microestrutural de um Calcic Gleysol, rico em minerais 2:1. No entanto, isso não foi observado nos estudos I e II, sugerindo que possíveis efeitos do biochar na estabilidade da microestrutura, sob tensões de cisalhamento oscilatórias, depende da mineralogia do solo e também pode depender do tipo de biochar utilizado, para confirmar esta hipótese, são necessários mais estudos envolvendo diferentes solos e diferentes biochares.

6. CONCLUSÕES GERAIS

Neste trabalho foram realizados dois experimentos, com objetivo de investigar possíveis efeitos de diferentes biochares nas propriedades reológicas de um solo intemperizado, sob tensões de cisalhamento oscilatórias. Enquanto no Estudo I, em condições de ambiente mais controladas, foi avaliado o comportamento das propriedades reológicas ao longo do tempo de incubação com biochar, a curto prazo. O Estudo II avaliou os efeitos de quantidade e tipo de biochar nas propriedades reológicas e de tixotropia do solo, em condições de campo. Os resultados mostrados nos Estudos I e II sugerem que, apesar dos efeitos benéficos da adição de biochar nas propriedades químicas do solo, ou mesmo na densidade do solo, independentemente da dose e da matéria prima de origem do biochar aplicado, houve uma redução na estabilidade e na resistência da microestrutura (integral z, resistência e perda de rigidez), sob tensões de cisalhamento oscilatórias. No entanto, são necessários mais estudos a campo e a longo prazo e, condições de testes de varredura da amplitude com maior controle da força normal.

REFERÊNCIAS

- ABIVEN, S. et al. Dynamics of aggregate stability and biological binding agents during decomposition of organic materials. **European Journal of Soil Science**, v. 58, n. 1, p. 239-247, 2007.
- AHMAD, M. et al. Biochar as a sorbent for contaminant management in soil and water: a review. **Chemosphere**, v. 99, p. 19-33, 2014.
- AJAYI, A. E.; HOLTHUSEN, D.; HORN, Rainer. Changes in microstructural behaviour and hydraulic functions of biochar amended soils. **Soil and Tillage Research**, v. 155, p. 166-175, 2016.
- BARNES, H. A. **A handbook of elementary rheology**. Aberystwyth: University of Wales, Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 2000. 200 p.
- BARRÉ, P.; HALLETT, P. D. Rheological stabilization of wet soils by model root and fungal exudates depends on clay mineralogy. **European Journal of Soil Science**, v. 60, n. 4, p. 525-538, 2009.
- BATES, D.M., MAECHLER, M., e BOLKER, B. lme4: Linear mixed-effects models using Eigen and syntax. R package version 0.999999-0, 2012.
- BATISTÃO, A. C. **Inter-relações das propriedades físico-químicas e mineralógicas com a reologia de solos amazônicos, salinos e orgânicos**. 2018. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.
- BAUMGARTEN, W. **Soil microstructural stability as influenced by physicochemical parameters and its environmental relevance on multiple scales**. 2013. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.
- BERGAYA, F.; LAGALY, Gerhard. General introduction: clays, clay minerals, and clay science. In: **Developments in clay science**. Elsevier, 2013. p. 1-19.
- BLANCO-CANQUI, Humberto. Biochar and soil physical properties. **Soil Science Society of American Journal**, v. 81, n. 4, p. 687-711, 2017.
- BROWN, R. A. et al. Production and characterization of synthetic wood chars for use as surrogates for natural sorbents. **Organic Geochemistry**, v. 37, n. 3, p. 321-333, 2006.
- BRUUN, E. W. et al. Effects of slow and fast pyrolysis biochar on soil C and N turnover dynamics. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 46, p. 73-79, 2012.
- BURRELL, L. D. et al. Long-term effects of biochar on soil physical properties. **Geoderma**, v. 282, p. 96-102, 2016.

CAROTENUTO, C. et al. Rheology of natural slurries involved in a rapid mudflow with different soil organic carbon content. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 466, p. 57-65, 2015.

DERAGUIN, B. V.; LANDAU, L. Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged particles in solution of electrolytes. **Acta Physicochim: USSR**, v. 14, p. 633-662, 1941.

DORNER, J.; SANDOVAL, P.; DEC, D. The role of soil structure on the pore functionality of an Ultisol. **Journal of soil science and plant nutrition**, v. 10, n. 4, p. 495-508, 2010.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: EMBRAPA Solos, 2011. 230 p.

ESSINGTON, M. E. **Soil and water chemistry: an integrative approach**. CRC press, 2005. 553 p.

FEDOTOV, G. N.; SHOBA, S. A.; KHAYDAPOVA, D. D. The mechanism of influence of the organic matter on the soil structure and mechanical properties. In: **Doklady Biological Sciences**. Pleiades Publishing, 2014. p. 177-181.

FERREIRA, E.B.; CAVALCANTI, P.P.; NOGUEIRA, D.A. ExpDes: An R Package for ANOVA and Ex-perimental Designs. **Applied Mathematics**, v.5, p.2952-2958, 2014.

GHEZZEHEI, T. A.; OR, D. Rheological properties of wet soils and clays under steady and oscillatory stresses. **Soil Science Society of America Journal**, v. 65, n. 3, p. 624-637, 2001.

GRIFFITHS, B. S. HALLETT, P. D., DANIELL, T. J., HAWES, C., SQUIRE, G. S., MITCHELL, S. M. Probing soil physical and biological resilience data from a broad sampling of arable farms in Scotland. **Soil use and management**, v. 31, n. 4, p. 491-503, 2015.

GUVEN, N. Molecular aspects of clay-water interactions. **Clay-water interface and its rheological implications**, p. 2-79, 1992.4

HE, P. et al. Particle size dependence of the physicochemical properties of biochar. **Chemosphere**, v. 212, p. 385-392, 2018.

HILLEL, D. **Environmental soil physics: Fundamentals, applications, and environmental considerations**. San Diego: Academic Press, 1998. 771 p.

HOLTHUSEN, D., PÉRTILE, P., REICHERT, J. M., & HORN, R. Controlled vertical stress in a modified amplitude sweep test (rheometry) for the determination of soil microstructure stability under transient stresses. **Geoderma**, v. 295, p. 129-141, 2017.

HOLTHUSEN, D. ; PETH, S.; HORN, Rainer. Impact of potassium concentration and matric potential on soil stability derived from rheological parameters. **Soil and Tillage Research**, v. 111, n. 1, p. 75-85, 2010.

HOUBEN, David; EVRARD, Laurent; SONNET, Philippe. Mobility, bioavailability and pH-dependent leaching of cadmium, zinc and lead in a contaminated soil amended with biochar. **Chemosphere**, v. 92, n. 11, p. 1450-1457, 2013.

JIEN, Shih-Hao. Physical Characteristics of Biochars and Their Effects on Soil Physical Properties. In: **Biochar from Biomass and Waste**. Elsevier, 2019. p. 21-35.

KASTNER, James R. et al. Catalytic esterification of fatty acids using solid acid catalysts generated from biochar and activated carbon. **Catalysis today**, v. 190, n. 1, p. 122-132, 2012.

KELLER, Thomas et al. An interdisciplinary approach towards improved understanding of soil deformation during compaction. **Soil and Tillage Research**, v. 128, p. 61-80, 2013.

MARKGRAF, Wibke. **Microstructural changes in soils rheological investigations in soil mechanics**. 2006. Tese de Doutorado. Inst. für Pflanzenernährung und Bodenkunde.

MARKGRAF, Wibke et al. Influence of organic matter on rheological properties of soil. **Applied Clay Science**, v. 64, p. 25-33, 2012.

MARKGRAF, W.; HORN, R. Scanning electron microscopy–energy dispersive scan analyses and rheological investigations of South-Brazilian soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 71, n. 3, p. 851-859, 2007.

MEZGER, T.G. 2014. **The Rheology Handbook**. 4ed. Vincentz Network, Hannover, Germany.

MIERZWA-HERSZTEK, M.; KLIMKOWICZ-PAWLAS, A.; GONDEK, K. Influence of poultry litter and poultry litter biochar on soil microbial respiration and nitrifying bacteria activity. **Waste and Biomass Valorization**, v. 9, n. 3, p. 379-389, 2018.

MITCHELL, J. K. et al. **Fundamentals of soil behavior**. New York: John Wiley & Sons, 2005.

NAVEED, M., BROWN, L. K., RAFFAN, A. C., GEORGE, T. S., BENGOUGH, A. G., ROOSE, T., ... & HALLETT, P. D. Plant exudates may stabilize or weaken soil depending on species, origin and time. **European journal of soil science**, v. 68, n. 6, p. 806-816, 2017.

OADES, J. M. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. **Plant and soil**, v. 76, n. 1-3, p. 319-337, 1984.

OJEDA, G. et al. Are soil–water functions affected by biochar application?. **Geoderma**, v. 249, p. 1-11, 2015.

OLESZCZUK, P. et al. Activated carbon and biochar amendments decrease pore-water concentrations of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in sewage sludge. **Bioresource technology**, v. 111, p. 84-91, 2012.

ÖHLINGER, R. **Bestimmung der Bodenatmung im Laborversuch**. In: SCHINNER, F.; ÖHLINGER, R.; KANDELER, E.; MARGESIN, R. **Bodenbiologische Arbeitsmethoden**. Berlin: Springer-Verlag, 1993. p. 86-90.

PÉRTILE, P. et al. **Propriedades mecânicas em micro e mesoescala de solos do Rio Grande do Sul**. 2015. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

PÉRTILE, P. et al. Rheological parameters as affected by water tension in subtropical soils. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 40, 2016.

PÉRTILE, P. et al. Microstructural strength of four subtropical soils evaluated by rheometry: properties, difficulties and opportunities. **Scientia Agricola**, v. 75, n. 2, p. 154-162, 2018.

PRANAGAL, J. et al. Effect of biochar application on the physical properties of Haplic Podzol. **Soil and Tillage Research**, v. 174, p. 92-103, 2017.

R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2015. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em: 12/07/18.

REICHERT, J. M.; REINERT, D. Coluna de areia para medir a retenção de água no solo—protótipos e teste. **Ciência Rural**, v. 36, n. 6, p. 1931 – 1935, nov-dez, 2006.

REN, X. et al. Aging effect of minerals on biochar properties and sorption capacities for atrazine and phenanthrene. **Chemosphere**, v. 206, p. 51-58, 2018.

SANTAMARINA, J. Carlos. Soil behavior at the microscale: particle forces. In: **Soil behavior and soft ground construction**. 2003. p. 25-56.

SARFARAZ, Q. **Characterization of biochars derived from different animal manures and crop residues and their use in grain crops**. 2019. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

SARKER, T. C. et al. Linking organic matter chemistry with soil aggregate stability: Insight from ¹³C NMR spectroscopy. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 117, p. 175-184, 2018.

SHAABAN, Muhammad et al. A concise review of biochar application to agricultural soils to improve soil conditions and fight pollution. **Journal of environmental management**, v. 228, p. 429-440, 2018.

- SIX, J. et al. A history of research on the link between (micro) aggregates, soil biota, and soil organic matter dynamics. **Soil and Tillage Research**, v. 79, n. 1, p. 7-31, 2004.
- SOHI, S. P[†] et al. A review of biochar and its use and function in soil. In: **Advances in agronomy**. Academic Press, 2010. p. 47-82.
- SPOSITO, Garrison. **The chemistry of soils**. Oxford university press, 2008. 329 p.
- STEINER, C.; BAYODE, A. O.; RALEBITSO-SENIOR, T. Komang. Feedstock and production parameters: effects on biochar properties and microbial communities. In: **Biochar Application**. 2016. p. 41-54.
- STERN, O. Zur theorie der elektrolytischen doppelschicht. **Zeitschrift für Elektrochemie und angewandte physikalische Chemie**, v. 30, n. 21-22, p. 508-516, 1924.
- SUMNER, M. E. The electrical double layer and clay dispersion. In: Sumner, M.E., and B.A. Stewart (Eds.), **Soil crusting: chemical and physical processes**, Lewis Publishers, Boca Raton, FL, p. 1-31, 1992.
- SYSTAT SOFTWARE Inc. **Sigmaplot for Windows, version 12.1**. 2011. Disponível em: <http://www.sigmaplot.com/products/sigmaplot>. Acesso em: 09/12/18.
- TEDESCO, M.J. et al. **Análise do solo, planta e outros materiais**. 2.ed. Porto Alegre: UFRGS, Departamento de Solos, 1995. 174p. (Boletim Técnico, 5).
- TISDALL, J. M.; OADES, J. M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of soil science**, v. 33, n. 2, p. 141-163, 1982.
- VERWEY, J.; OVERBEEK, T. G. Theory of the stability of lyophobic colloids. **Advances in Colloid Interface Science**. Elsevier: Amsterdam, v. 17, 1948.
- WINTER, Bodo. Linear models and linear mixed effects models in R with linguistic applications. **arXiv preprint arXiv:1308.5499**, 2013. Disponível em: <http://arxiv.org/pdf/1308.5499.pdf>. Acesso em: 05/12/18.
- YUAN, J.-H.; XU, R.-K. The amelioration effects of low temperature biochar generated from nine crop residues on an acidic Ultisol. **Soil Use and Management**, v. 27, n. 1, p. 110-115, 2011.
- ZHANG, Afeng et al. Effects of biochar amendment on soil quality, crop yield and greenhouse gas emission in a Chinese rice paddy: a field study of 2 consecutive rice growing cycles. **Field Crops Research**, v. 127, p. 153-160, 2012.
- ZHANG, Zhikun et al. Insights into Biochar and Hydrochar Production and Applications: A Review. **Energy**, 2019.

ZHANG, Lu; SUN, Xiangyang. Changes in physical, chemical, and microbiological properties during the two-stage co-composting of green waste with spent mushroom compost and biochar. **Bioresource technology**, v. 171, p. 274-284, 2014.

ZONG, Y.; CHEN, D.; LU, S.. Impact of biochars on swell–shrinkage behavior, mechanical strength, and surface cracking of clayey soil. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 177, n. 6, p. 920-926, 2014.

ZONG, Y.; XIAO, Q.; LU, S. Acidity, water retention, and mechanical physical quality of a strongly acidic Ultisol amended with biochars derived from different feedstocks. **Journal of soils and sediments**, v. 16, n. 1, p. 177-190, 2016.