

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 02/12/2018.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA - UNESP
FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE ILHA SOLTEIRA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA**

SEBASTIÃO NILCE SOUTO FILHO

**NANOPARTÍCULAS, MORFOLOGIA DA NANOESTRUTURA E
ESPECTROMETRIA DE MASSA COMO INDICADORES DA
RECUPERAÇÃO DE UM LATOSSOLO VERMELHO**

Tese apresentada à Faculdade de
Engenharia - UNESP - Campus de Ilha
Solteira, para obtenção do título de Doutor
em Agronomia.

Especialidade: Sistemas de Produção

Prof^a Dr^a Marlene Cristina Alves
Orientadora

Ilha Solteira

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

S728n Souto Filho, Sebastião Nilce.
Nanopartículas, morfologia da nanoestrutura e espectrometria de massa como indicadores da recuperação de um latossolo vermelho / Sebastião Nilce Souto Filho. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2016
51 f. : il.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Especialidade: Sistemas de Produção, 2016

Orientador: Marlene Cristina Alves
Inclui bibliografia

1. Qualidade do solo. 2. Solo degradado. 3. Microscopia eletrônica. 4. Porosidade do solo. 5. Lodo de esgoto.

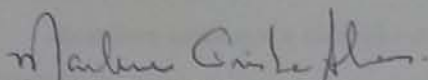
CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA TESE: Nanopartículas, morfologia da nanoestrutura e espectrometria de massa como indicadores da recuperação de um Latossolo Vermelho

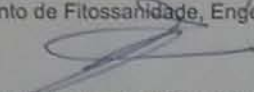
AUTOR: SEBASTIÃO NILCE SOUTO FILHO

ORIENTADORA: MARLENE CRISTINA ALVES

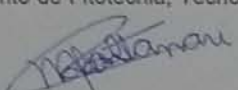
Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Doutor em AGRONOMIA, especialidade: SISTEMAS DE PRODUÇÃO pela Comissão Examinadora:



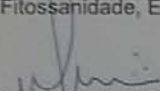
Profa. Dra. MARLENE CRISTINA ALVES
Departamento de Fitossanidade, Engenharia Rural e Solos / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



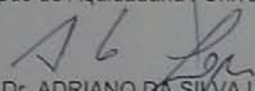
Prof. Dr. MARIO LUIZ TEIXEIRA DE MORAES
Departamento de Fitotecnia, Tecnologia de Alimentos e Sócio Economia / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. RAFAEL MONTANARI
Departamento de Fitossanidade, Engenharia Rural e Solos / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. MARCOS ANTONIO CAMACHO DA SILVA
Campus de Aquidauana / Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul



Prof. Dr. ADRIANO DA SILVA LOPES
Campus de Aquidauana / Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul

Ilha Solteira, 23 de agosto de 2016

DEDICATÓRIA

Dedido esta tese à pessoa que, independente das circunstâncias, nunca desistiu de mim e me ensinou algo fundamental: que não há nada mais bonito do que dar uma oportunidade, estender a mão, a quem precisa. Obrigado professora Dra MARLENE CRISTINA ALVES.



AGRADECIMENTOS

A Deus, pela minha vida e por tantas oportunidades que tem me proporcionado.

À Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira –Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”, que possibilitou a realização desse trabalho e ensinamentos.

A professora Dra . Marlene Cristina Alves pela esplêndida orientação, atenção, auxílio prestado, principalmente pela amizade e confiança dedicados a minha pessoa, além da paciência e de todos os ensinamentos transmitidos.

Ao Dr. Carlos Monreal pelas sugestões e orientações nas análises de microscopia eletrônica de transmissão e estudos de nanotecnologia.

Ao Eastern Cereal and Oilseed Research Center (ECORC) of Agriculture and Agri-Food Canada, pela realização das análises de microscopia eletrônica de transmissão.

Aos Drs. P. Leinweber and Kai-Uwe Eckhardt da Rostock University, responsáveis pelas análises de espectrofotometria de massa.

A CAPES pela concessão de bolsa de doutorado.

A FUDUNESP (Processo nº 010/2013-DFP) pelo auxílio para realização das análises de espectrometria de massa.

Ao Eastern Cereal and Oilseed Research Center (ECORC) of Agriculture and Agri-Food Canada, pela realização das análises de microscopia eletrônica de transmissão.

Aos Drs. Peter Leinweber and Kai-Uwe Eckhardt da Rostock University pela realização das análises de espectrometria de massa.

NANOPARTÍCULAS, MORFOLOGIA DA NANOESTRUTURA E ESPECTROMETRIA DE MASSA COMO INDICADORES DA RECUPERAÇÃO DE UM LATOSSOLO VERMELHO

Autor: Sebastião Nilce Souto Filho

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Marlene Cristina Alves

RESUMO

A utilização incorreta do uso e ocupação dos solos agrícolas vêm causando alterações no mesmo, tornando-os menos produtivos, aumentando assim as áreas degradadas. No processo de recuperação de um solo dois pontos são fundamentais: definir as melhores interferências quanto à aceleração do seu processo de reabilitação e, os indicadores mais adequados para diagnosticar a sua qualidade. Portanto, este trabalho teve como objetivo investigar as nanopartículas, a morfologia da nanoestrutura e a espectrometria de massa de um Latossolo Vermelho em recuperação há oito anos, como indicadores da sua qualidade. O trabalho foi desenvolvido na Fazenda de Ensino e Pesquisa, da Faculdade de Engenharia, Campus de Ilha Solteira (UNESP), localizada em Selvíria, MS. Utilizou-se um delineamento em blocos casualizados, com três tratamentos, cinco blocos e três replicações. Os tratamentos foram: solo sob vegetação natural do cerrado, solo sem tratamento para recuperação (solo degradado) e solo cultivado com espécie nativa *Astronium fraxinifolium* Schott + *Urochoa decumbens* Stapf. + lodo de esgoto (60 t ha⁻¹ base seca). Comparou-se o solo em processo de recuperação com o seu estado natural e degradado. Na camada superficial do solo (0,00-0,05 e de 0,05-0,10 m) foram quantificadas as nanopartículas ($\phi < 100$ nm) e a argila fina ($\phi < 200$ nm), assim como a argila total e areia, estudada a morfologia de nanoestruturas por meio de imagens obtidas por microscópio eletrônico de transmissão e realizada análises de espectrometria de massa das condições do solo em estudo. Para auxiliar na interpretação da qualidade do solo foram analisados alguns atributos físicos (porosidade e densidade do solo) e químicos (C, nitrogênio total e hidrogênio). As nanopartículas, e a morfologia de nanoestruturas de um Latossolo Vermelho são melhores indicadores que os atributos físicos e químicos estudados. A espectrometria de massa é eficaz na identificação da qualidade da MOS, possibilitando visualizar as diferenças entre o solo em recuperação e degradado, o que não foi apontado em termos de quantidade da MOS entre ambas condições. Na classe de partículas com diâmetro menor que 200 nm, para o Latossolo Vermelho estudado, é mais eficaz a visualização de nanoestruturas.

Palavras-chave:Lodo de esgoto. Microscopia eletrônica. Porosidade do solo. Qualidade do solo. Solo degradado.

NANOPARTICLES, NANOSTRUCTURE MORPHOLOGY AND MASS SPECTROMETRY AS INDICATORS OF AN OXISOL IN RECLAMATION

Author:Sebastião Nilce Souto Filho

Advisor: Prof^a. Dr^a. Marlene Cristina Alves

ABSTRACT

Inappropriate use and occupation of arable land affects agricultural soils making them less productive and consequently, increasing degraded areas. In the soil reclamation process two points are essential: i) to define the optimal strategies to accelerate the restoration process and, ii) to determine which are the most appropriate indicators to diagnose soil quality. Therefore, this study aimed to investigate the nanoparticles and the nanostructure morphology by mass spectrometry, as indicators of soil quality in an Oxisol that has been under restoration process for eight years. This research was conducted at the Experimental Station of the Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual do São Paulo (UNESP), Campus de Ilha Solteira, in Selvíria, Mato Grosso do Sul, Brazil. The experiment was arranged in a randomized complete block design with three treatments and five blocks per treatment. The experiment was conducted three times. The treatments tested were: a) soil under native vegetation (Savannah) canopy, b) untreated soil (degraded soil) and, c) soil cultivated with *Astronium fraxinifolium* Schott (native species) and *Urochloa decumbens* Stapf. and amended with sewage sludge (60 ton ha⁻¹ dry matter). We aimed to compare soil undergoing reclamation process with soil in its natural state and degraded soil. In the topsoil layer we quantified nanoparticles ($\phi < 100$ nm), fine clay ($\phi < 200$ nm), thick clay, as well as clay and sand total content. We also studied the nanostructure morphology by transmission electron microscopy and mass spectrometry. In addition, to assess soil quality we determined soil physical (soil porosity and bulk density) and chemical (carbon, nitrogen and hydrogen content) attributes of soil samples under the three treatments. Our results showed that nanoparticles and nanostructure morphology of Oxisol are better indicators of soil quality than the soil physical and chemical attributes examined in this study. Mass spectrometry was effective for identifying the quality of soil organic matter (SOM) and for visualizing differences between degraded and reclaimed soils that were not evidenced by SOM

quantification. The examination of nanostructure morphology was the most efficient indicator for particles of $\phi < 200$ nm in an Oxisol.

Keywords: degraded soil, electron microscopy, sewage sludge, soil porosity, soil quality.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Detalhe da área degradada (A), camada média de solo decaptado (B), na Fazenda de Ensino, Pesquisa e Extensão da Faculdade de Engenharia, Campus Ilha Solteira e localização dos locais de avaliação (COLODRO, 2005 e GIÁCOMO, 2013).....	22
Figura 2 - Vista geral da área com vegetação natural de Cerrado na qual encontram-se espécies arbóreas como a Curatella americana, Stryphnodendron adstringen, Byrsomia verbascifolia, Astronium faxinifolium.	23
Figura 3 - Vista geral da área com solo em recuperação.	23
Figura 4 - Vista geral da área com solo degradado.....	23
Figura 5 - Detalhe do croqui da área e da localização dos tratamentos.	24
Figura 6 – Detalhe dos perfis do solo dos 3 tratamentos avaliados. (A) área degradada (B) solo em recuperação (C) área de vegetação natural do Cerrado.	25
Figura 7 - Agitador horizontal.	27
Figura 8 - Sonicador.....	28
Figura 9 - Frascos usados para dispersão das amostras de solo.	28
Figura 10 - Sonicador com frasco com suspensão solo+água.	28
Figura 11 - Nanoestruturas e partículas (diâmetro < 200 nm) de um Latossolo Vermelho sob vegetação Natural de Cerrado, solo em recuperação e solo degradado.	33
Figura 12- Nanopartículas (diâmetro < 100 nm) de um Latossolo Vermelho sob vegetação Natural de Cerrado, solo em recuperação e solo degradado.	38
Figura 13- Termogramas das classes de compostos orgânicos volatilizados do Latossolo Vermelho sob vegetação nativa de Cerrado.	40
Figura 14 - Termogramas das classes de compostos orgânicos volatilizados do Latossolo Vermelho em recuperação há oito anos.	41
Figura 15 - Termogramas das classes de compostos orgânicos volatilizados do Latossolo Vermelho degradado.	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Atributos físicos do solo degradado antes da implantação da pesquisa, Selvíria, MS, 2004.	26
Tabela 2 - Atributos químicos do solo degradado antes da implantação da pesquisa, Selvíria, MS, 2004.	26
Tabela 3 - Propriedades químicas do lodo de esgoto utilizado para pesquisa.	26
Tabela 4 - Distribuição de tamanho de partículas de um Latosso Vermelho sob três condições de uso na camada de 0,00-0,05 e 0,05-0,10 m. Selvíria, Mato Grosso do Sul, Brasil. 2012.	32
Tabela 5 - Macroporosidade, microporosidade, porosidade total e densidade do solo na camada de 0,00-0,05 e 0,05-0,10 m de um Latossolo Vermelho sob vegetação nativa de Cerrado, solo em recuperação e solo degradado.	35
Tabela 6 - Nitrogênio total, C orgânico e Hidrogênio na camada de 0,00-0,05 m de um Latossolo Vermelho sob vegetação nativa de Cerrado, solo em recuperação e solo degradado.	36

SUMÁRIO

RESUMO	5
ABSTRACT	7
1 INTRODUÇÃO	12
2 HIPÓTESES DO TRABALHO	15
3 REVISÃO DE LITERATURA.....	16
4 MATERIAL E MÉTODOS	21
4.1 Caracterização da área experimental.....	21
4.2 Delineamento experimental e tratamentos.....	21
4.3 Análises das nanopartículas e nanoestruturas do solo.....	26
4.3.1 <i>Dispersão das amostras</i>	26
4.3.2 <i>Separação do silte, argila, nanopartículas e nanoestruturas do solo</i>	29
4.4 Análise de espectrometria de massa.....	30
4.5 Análises da porosidade e densidade do solo.....	30
4.6 Análises C orgânico, Nitrogênio total e Hidrogênio	30
4.7 Análise dos resultados.....	30
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
6 CONCLUSÕES	44
REFERÊNCIAS	45

1 INTRODUÇÃO

Estruturas e partículas nanométricas têm sido estudadas há décadas no ambiente de sistemas aquáticos e atmosfera (LEPPARD, 2008), mas em muito menor extensão no ecossistema solo. Pouco se sabe, em escala nanométrica, sobre as interações entre componentes inorgânicos e orgânicos do solo e a dinâmica do carbono (C) e nitrogênio(N) do solo, embora os solos contenham muitos componentes com dimensões em nanoescala, tais como vírus, argilas, óxidos e substâncias húmicas (THENG;YUAN, 2008). Em solos, materiais com nano-tamanhos são hidratados e têm grandes áreas de superfície, e assim parecem controlar a retenção de água, permeabilidade, transporte de solutos, a retenção de pesticidas e disponibilidade no solo de nutrientes para as plantas. Nanomateriais também controlam reações de troca de espécies inorgânicas e orgânicas dissolvidas entre a solução do solo e as superfícies coloidais.

Os solos são misturas complexas de sólidos constituídos com partículas de diâmetros que variam de milímetros até dimensões em nanômetros (10^{-9} m). Ao longo dos últimos vinte anos e, particularmente, nos últimos dez anos, a nanotecnologia tem evoluído como uma área interdisciplinar, o que tem despertado grande interesse. Embora a nanotecnologia não seja nova, não é química, física, biologia ou engenharia, mas uma mistura única de todos. A definição no dicionário grego de nano é anão, mas a nanotecnologia refere-se normalmente à ciência no nível de 10^{-9} m, o que não está fora dos domínios da bioquímica, química macromolecular, ou ciência de superfície (WILSON et al., 2008).

Em particular, as nanopartículas, que são menores do que 100 nm são importantes em um sistema natural devido à sua elevada área superficial e reatividade de superfície e suas propriedades associadas de adsorção ou ligação aos contaminantes orgânicos e metais traço. Isto é devido, provavelmente, pelo menos em parte, a diferenças na superfície e estrutura atômica perto da superfície, bem como da forma de cristal e a topografia da superfície, como uma função do tamanho do menor dos regimes de tamanho (HOHELLA et al., 2008). Portanto, essas variações podem fazer a diferença na cinética e mecanismos de importantes reações geoquímicas e biogeoquímicas.

Calabi-Floody et al. (2011), estudando nanoargilas em um Andisol (Andossolo) do Chile, verificaram que a caracterização dos solos em escala nanométrica pode contribuir para melhor compreender os componentes e mecanismos envolvidos na estabilização da matéria orgânica do solo (MOS) e de sua qualidade química, bem como as interações de

nanopartículas naturais do solo com o transporte e persistência de xenobióticos dispostos no mesmo. Assim, a fração de nanoargila parece ser um local privilegiado para o acúmulo de matéria orgânica estabilizada (EUSTERHUES et al., 2005.; LEHMANN et al., 2008; MONREAL et al., 2010), e pode ser considerada como um sumidouro de C. Do mesmo modo, a fração de nanoargila tem o potencial de sequestro de C no solo e de reduzir a emissão de CO₂.

A estabilização em longo prazo do C atmosférico na MOS envolve a estabilização física por proteção em microagregados e colóides de argila; estabilização físico-química pela proteção e interações da MOS com matrizes inorgânicas, reações de condensação e bioquimicamente por polimerização e reticulação de moléculas orgânicas recalitrantes (MONREAL et al., 2010).

A espectrometria de massa tem desempenhado um papel importante em ajudar a compreensão sobre poluição ambiental e seus processos, água potável principalmente as águas de superfície, águas subterrâneas, águas residuais, solos, entre outros. Muitas aplicações de espectrometria de massa no meio ambiente está focada em estudos de ar. Estas incluíram estudos e medições de matérias aerossóis/partículas, as emissões industriais e as emissões biogênicas.

A recuperação da qualidade do solo e ganho com produtividade agrícola é um processo lento e a obtenção de níveis estáveis de C no solo demora alguns anos para ser obtida. A maioria das práticas agrícolas não provoca elevações significativas dos níveis de C em pouco tempo, sendo necessário pelo menos entre 25 a 50 anos antes que um novo equilíbrio seja atingido (BATJES, 2001). Entretanto, a escala de tempo dos mecanismos de resposta de mudanças nos níveis da MOS e o equilíbrio para tipos específicos de solo, clima e uso da terra não são bem conhecidos apesar de sua importância para previsão da qualidade do solo e sua degradação, produtividade em longo prazo e o potencial para liberação de gases que provocam o efeito estufa.

A qualidade da MOS é um dos aspectos que requer mais estudos, tendo em vista as condições tropicais, ou seja, de acelerada decomposição dos materiais orgânicos. Informações sobre o estoque de C orgânico bem como a sua estabilidade no solo são importantes na compreensão do processo de recuperação do solo e/ou de manutenção de sua qualidade.

Os indicadores físicos do solo que se tem utilizado na maioria das vezes não são sensíveis para detectar em curto prazo alterações na melhoria da sua estrutura. Portanto, este trabalho teve como objetivo investigar as nanopartículas, a morfologia da nanoestrutura e a

espectometria de massa de um Latossolo Vermelho em recuperação há oito anos, como indicadores da sua qualidade.

6 CONCLUSÕES

1. As nanopartículas, e a morfologia de nanoestruturas de um Latossolo Vermelho são melhores indicadores que os atributos físicos e químicos estudados.
2. A espectrometria de massa é eficaz na identificação da qualidade da MOS, possibilitando visualizar as diferenças entre o solo em recuperação e degradado, o que não foi apontado em termos de quantidade da MOS entre ambas condições.
3. Na classe de partículas com diâmetro menor que 200 nm, para o Latossolo Vermelho estudado, é mais eficaz a visualização de nanoestruturas.

REFERÊNCIAS

- ALVES, M.C.; SUZUKI, L.G.A.S.; SUZUKI, L.E.A.S. Densidade do solo e infiltração de água como indicadores da qualidade física de um Latossolo Vermelho Distrófico em recuperação. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, MG, v.31, p.617-625, 2007.
- BALIEIRO, F.C.; OLIVEIRA, W. C.; PEREIRA, N. G.; ANJOS, L. H. C. ; PICCOLO, M. C.; JACCOUD, C. F. Fertilidade e C do solo e uso da água pelo eucalipto numa toposequencia em seropédica, RJ. **Revista Árvore**, Viçosa, MG, v.32, n.1, p.153-162, 2008.
- BATJES, N.H. Options for increasing carbon sequestration in West African soils an exploratory study with special focus on Senegal. **Land Degradation Development**, West Sussex, Columbus, v. 12, p.131-142, 2001.
- BAYER, B.; MIELNICZUK, J.; MARTIN-NETO, L.; ERNANI, P.R. Stocks and humification degree of organic matter fractions as affected by no-tillage on a subtropical soil. **Plant and Soil**, Dordrecht, v.238, p.133–140, 2002.
- BRUCE, J.P.; FROME, M.; HAITES, E.; JANZEN, H.; LAL, R.; PAUSTIAN, K. Carbon sequestration in soils. **Journal Soil Water and Conservation**, Ankeny, v.54, p.382-389, 1999.
- CALABI-FLOODY, M.; BENDALL, J. S.; JARA, A.A.; WELLAND, M.E.; THENG B.K. G.; RUMPEL, C.; MORA, M.L. Nanoclays from an Andisol: Extraction, properties and carbon stabilization. **Geoderma**, Amsterdam, v.161, p. 159–167, 2011.
- CLARKE, P. **Theory of sedimentation and centrifugation**. [S. l.: s. n.], 2009. 25p.
- CHRISTENSEN, B.T. Physical fractionation of soil and structural and functional complexity in organic matter turnover. **European Journal Soil Science**, Dordrecht, v. 52, n. 3, p. 345-353, 2001.
- CHENU, C.; PLANTE, A.F. Clay-sized organo-mineral complexes in a cultivation chronosequence: revisiting the concept of the 'primary organo-mineral complex. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 57, p.596-607, 2006.
- COLODRO, G. **Recuperação de solo de área de empréstimo com lodo de esgoto**. 2005. 82 f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) –Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.
- CONCEIÇÃO, P.C. **Agregação e proteção física da matéria orgânica em solos tropicais e subtropicais**. 2006. 138 f. Tese (Doutorado em Ciências do Solo) –Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.
- CUNHA, T.J.F.; MENEGUELLI, N.A.; CONCEIÇÃO, M.; MACHADO, P.L.O.A.; FREIXO, A.A. **Avaliação de extratores de substâncias húmicas de um Latossolo Vermelho Distroférico Rio de Janeiro**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2000. 15p. (Boletim de Pesquisa, n.7).

DEMATTE, J. L. I. **Levantamento detalhado dos solos do Campus Experimental de Ilha Solteira**. Piracicaba: [s. n.], 1980, 131p. (Mimeografado).

DORAN, J.W.; SARRANTONIO, M.; LIEBIG, M.A. Soil health and sustainability. **Advances in Agronomy**, San Diego, v. 56, n. 1, p. 1-54, 1996.

EBELING, A.G.; DOS ANJOS, L.H.C.; PEREIRA, M.G.; PINHEIRO, E.F.M.; VALLADARES, G.S. Substâncias húmicas e relação com atributos edáficos. **Bragantia**, Campinas, v. 70, n. 1, p.157-165, 2011.

EMBRAPA. **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de Solos, 1997. 212p.

EMBRAPA. - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2013. 306p.

EUSTERHUES, K.; RUMPEL, C.; KÖGEL-KNABNER, I. Stabilization of soil organic matter isolated via oxidative degradation. **Organic Geochemistry**, Kidlington, v. 36, p. 1567–1575, 2005.

FLAIG, W.J.A. Generation of model chemical precursors. In:FRIMMEL, F. H.; CHRISTMAN, R. F. (Ed.) **Humic substances and their role in the environment**: report of the Dahlem workshop. New York: John Wiley & Sons, 1988. p. 75-92.

FERNÁNDEZ-MARTÍNEZ, A. **Physics of natural nanoparticles**:water interfaces: chemical reactivity and environmental implications. 2013. 169 f. Thesis (Master)- Observatoire de Grenoble, Laboratoire de Geophysique Interne, Et Tectonophysique. Grenoble, 2013.

FERREIRA, D. F. Sisvar: versão 4.2.: um programa para análises e ensino de estatística. **Revista Symposium**. Lavras, v.6, p. 36-41, 2008.

GIÁCOMO, R.G. **Recuperação do solo usando composto produzido com resíduo da extração de celulose**. 2013. 222 f. (Doutorado em Agronomia) -Faculdade de Engenharia - Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2013.

GLASER, B.; TURIÓN, N.; SOLOMON, D., NI, A.; ZECH, W. Soil organic matter quantity and quality in mountain soils of the Alay Range, Kyrgyzia, affected by land use change. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v.31, p.407-413, 2000.

GRANDY, A.; ROBERTSON, G. Land-use intensity effects on soil organic carbon accumulation rates and mechanisms. **Ecosystems**, New York, v. 10, n. 1, p. 59-74, 2007.

GOOGLE EARTH-MAPAS. **Mapas**:detalhe do croqui da área e da localização dos tratamentos. [S. l.], 2016. Disponível em: <<https://www.google.com.br/maps>>. Acesso em: 01 jul. 2016.

GUGGENBERGER, G.; ZECH, W.; THOMAS, R.J. Lignin and carbohydrate alteration in particle-size separates of an Oxisol under tropical pastures following native savanna. **Soil Biology and Biochemical**,Amsterdã, v.27, p.1629-1638, 1995.

GURGUEIRA, S.; LAWRENCE, J.; BRENT, C.; KRISHNA, M.; GONZALEZ-FLECHA, B. Rapid increases in the steady-state concentration of reactive oxygen species in the lungs and heart after particulate air pollution inhalation. **Environmental Health Perspect**, Research Triangle Park, v. 110, p. 749–55, 2002.

GUO, H.; BARNARD, A. Naturally occurring iron oxide nanoparticles: morphology, surface chemistry and environmental stability. **Journal of Materials Chemistry**, Manchester, v.1, p. 27–42, 2013.

HERNANDEZ, F. B. T.; **Análises agroclimáticas da área de influência do reservatório da Usina Hidroelétrica de Ilha solteira, região noroeste do estado de São Paulo.** Ilha Solteira: FEIS – DEFERS, 2007. Disponível em: <<http://www.agr.feis.unesp/clima.php>>. Acesso em: 01 jul. 2016.

HOHELLA, M.F.; LOWER Jr., S.K.; MAURICE, P.A.; PENN, R.L.; SAHAI, N.; SPARKS, D.L.; TWINING, B.S. Nanominerals, mineral nanoparticles, and earth systems. **Science**, Washington, v. 319, p. 1631–1635, 2008.

INGARAMO, O. E. **Indicadores físicos de la degradación del suelo.** 2003. 341 f. Tese (Doutorado em Ciências Ambientais)- Facultad de Ciencias, Universidade da Coruña, La Coruña, 2003.

KIEHL, E. J. **Manual de edafologia:** relação solo planta. São Paulo: Agronomica Series, 1979. 264 p.

KITAMURA, A.E.; ALVES, M.C.; SUZUKI, L.G.A.S.; GONZALEZ, A.P. Recuperação de um solo degradado com aplicação de adubos verdes e lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, MG, v.32, p.405-416, 2008.

KÖGEL, I.; HEMPFLING, R.; ZECH, R.; HATCHER; P.G.;SCHULTEN, H.-R. Chemical composition of the organic matter in forest soils. I. Forest litter. **Soil Science**, Viçosa, MG, v.146, 126-136, 1998.

LEHMANN, J.; KINYANGI, J.; SOLOMON, D. Organic matter stabilization in soil microaggregates: implications from spatial heterogeneity of organic carbon contents and carbon forms. **Biogeochemistry**, Dordrecht, v. 85, p. 45–57, 2008.

LEHNINGER, A.L. **Principles of biochemistry.** New York: Worth publishers, 1982. 1011 p.

LEPPARD, G. Nanoparticles in the environment as revealed by transmission electron microscopy: detection, characterisation and activities. **Current Nanoscience**, Bussum, v. 4, p. 278–301, 2008.

LETEY, J. Relationship between soil physical properties and crop production. **Advanced Soil Science**, New York, v. 1, n.1, p. 277-294, 1985.

MACHADO, P.L. de A. C do solo e a mitigação da mudança climática global. **Química Nova**, São Paulo, v. 28, n. 2, p.329-334, 2005.

MADDEN, A.S.; HOCELLA Jr., M.F. A test of geochemical reactivity as a function of mineral size: Manganese oxidation promoted by hematite nanoparticles. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, Oxford, v. 69, n. 2, p. 389–398, 2005.

MALTONI, K. L. **Estudo da compactação e, ou, adensamento em subsuperfície de latossolos sob diferentes usos**. Viçosa, Universidade Federal de Viçosa, 1994. 73p.

MARCHINI, D.C., LING, T.C., ALVES, M.C., CRESTANA, S., SOUTO FILHO, S.N., ARRUDA, O.G. Matéria orgânica, infiltração e imagens tomográficas de Latossolo em recuperação sob diferentes tipos de manejo, **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.19, n.6, p.574-580, 2015.

MARUSENKO, Y.; SHIPP, J.; HAMILTON, G.A.; MORGAN, J.L.L.; KEEBAUGH, M.; HILL, H.; DUTTA, A.; ZHUO, X.; UPADHYAY, N.; HUTCHINGS, J.; HERCKES, P.; ANBAR, A.D.; SHOCK, E.; HARTNETT, H.E. Bioavailability of nanoparticulate hematite to *Arabidopsis thaliana*. **Environmental Pollution**, Kidlington, v. 174, p.150-156, 2013.

MENDES, F. G.; MELLONI, E. G. P.; MELLONI, R. Aplicação de atributos físicos do solo no estudo da qualidade de áreas impactadas, em Itajubá / MG. **Revista Cerne**, Lavras, v. 12, n. 3, p. 211 - 220, 2006.

MÖLLER, A.; KAISER, K.; ZECH, W. Lignin, carbohydrate, and amino sugar distribution and transformation in the tropical highland soils of northern Thailand under cabbage cultivation, Pinus reforestation, secondary forest, and primary forest. **Australian Journal of Soil Research**, Melbour, v.40, p.977-998, 2002.

MONREAL, C. M.; ALVES, M. C.; SCHNITZER, M.; SOUTO FILHO, S. N. BONINI, C. S. B. Mass spectrometry of organic matter influenced by long-term pedogenesis and a short-term reclamation practice in na Oxisol of Brasil. **Canadian Journal of Science**, Ottawa, v.96, p. 64-85, 2016.

MONREAL, C.M.; KODAMA, H. Influence of aggregate architecture and minerals on living habitats and soil organic matter. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 77, p. 367–377, 1997.

MONREAL, C.M.; MCGILL, W.B. The effects of soil amendments on the dynamics of free cystine cycling at steady-state through the solutions of a Black Chernozemic and Andept soil. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v.21, p. 695-701, 1989.

MONREAL, C.M.; SCHNITZER, M. The chemistry and biochemistry of organic components in the soil solutions of wheat rhizosphere. **Advances in Agronomy**, New York, v. 121, p. 179-251, 2013.

MONREAL. C.M.; SULTAN. Y.; SCHNITZER. M. Soil organic matter in nano-scale structures of a cultivated Black Chernozem. **Geoderma**, Amsterdam, v. 159, n.3, p.237-242, 2010.

PEGORARO, R.F.; SILVA, I.R.da; NOVAIS, R.F.de; BARROS, N.F.de; FONSECA, S. Fenóis Derivados da lignina, carboidratos e aminoaçúcares em serapilheira e solos cultivados com eucalipto e pastagem. **Revista Árvore**, Viçosa, MG, v.35, n.2, p.359-370, 2011.

PEREIRA, T.T.C.; KER, J.C.; SCHAEFER, C.E.G.R.; BARROS, N.F.; NEVES, J.C.L.; ALMEIDA, C.C. Gênese de Latossolos e Cambissolos desenvolvidos de rochas pelíticas do Grupo Bambuí – Minas Gerais. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, MG, v. 34, p.1283-1295, 2010.

QAFOKU, N.P. Terrestrial nanoparticles and their controls on soil-/geo-processes and reactions. **Advances in Agronomy**, New York, v. 107, p. 33-91, 2010.

RAIL, B. VAN.; CANTARELLA, H. QUAGGIO, J. A.; FURLANI, A. M. C.; **Recomendações de adubação e calagem para o estado de São Paulo**. Campinas: [S.n.], 1997. 285 p. (BOLETIM TÉCNICO, 100).

RICHARDSON, S.D. Mass Spectrometry in Environmental Sciences. **Chemical Reviews**, Washington, v.101, p. 211-254, 2001.

RILLIG, M.C.; MUMMEY, D.L. Mycorrhizas and soil structure. **New Phytologist**, Cambridge, v.171, p. 41-53, 2006.

RODRIGUES, S. **Permeabilidade ao ar em Latossolo Vermelho sob plantio direto e preparo convencional**. 2009. 66 f. Dissertação (Mestrado em Ciências)- Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

ROSCOE, R. Rediscutindo o papel dos ecossistemas terrestres no sequestro de C. **Cadernos de Ciência e Tecnologia**, Brasília, DF, v. 20, n. 2, p. 209-223, 2003.

SA, M.A.C.de; LIMA, J.M. de. **Energia ultra-sonica: uma ferramenta em ciência do solo**. Planaltina: EMBRAPA, 2005. (Documento, 139).

SANTOS, C.A.A. **Matéria orgânica de Argissolo Vermelho e Latossolo Bruno sob diferentes sistemas de manejo e sob vegetação nativa: distribuição em frações físicas, qualidade e sorção do herbicida atrazina**. 2005. 204 f. Tese (Doutorado em Agronomia) – Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

SARANTE, G.S. **Compartimentos químicos e físicos da matéria orgânica de Latossolo em sistemas de manejo de pastagens dos CAMPOS DE CIMA DA SERRA, RS**. 2010. 82 f. Dissertação (Mestrado em Ciências do Solo) – Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

SCHNITZER, M.; KODAMA, H. Reactions of minerals with soil humic substances. In: AMERICAN SOCIETY OF AGRONOMY. **Minerals and their roles in the soil environment**. Madison: Soil Science Society of America, 1977. 741p.

SCHNITZER, M.; MONREAL, C.M. Quo vadis soil organic matter research?: a biological link to the chemistry of humification. **Advances in Agronomy**, New York, v. 113, p. 139–213, 2011.

SCHULTEN, H.-R. Relevance of analytical pyrolysis studies to biomass conversion. **Journal Analyze Applied**, Fredericksburg, v.6, p. 251-272, 1984.

SILVA, I. R.; MENDONÇA, E. S. **MOS**. In: NOVAIS, R.F. et al. Fertilidade do solo. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p.276-374.

SPILLER, S.; TERRY, N. Limiting factors in photosynthesis. II. Iron stress diminishes photochemical capacity by reducing the number of photosynthetic units. **Plant Physiology**, Lancaster. v. 65, p.121-125, 1980.

STENBERG, B. Monitoring soil quality of arable land: Microbiological indicators. **Acta Agriculturae Scandinavica, Section B - Plant Soil Science**, Taylor and Francis, v. 49, n.1, p. 1-24, 1999.

STEVENSON, F.J. **Humus Chemistry**: genesis, composition and reactions. 2.ed. New York: Willey & Sons, 1994. 496p.

SWIFT, R.S. Sequestration of carbon by soil. **Soil Science**, v.166, p.858-871, 2001.

TAN, Z.; LAL, R.; OWENS, L.; IZAURRALDE, R. C. Distribution of light and heavy fractions of soil organic carbon as related to land use and tillage practice. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 92, n. 1-2, p. 53-59, 2007.

TANG, Z., WU, L., LUO, Y., CHRISTIE, P. Size fractionation and characterization of nanocolloidal particles in soils. **Environmental Geochem Health**, Dordrecht, v. 31, p.1-10, 2009.

TANNER, C.B.; JACKSON, M.L. Nomographs of sedimentation times for soil particles under gravity or centrifugal acceleration. **Soil Science Society of American Proceeding**, Madison, v. 12, p. 60-65, 1947.

THENG, B. K.; YUAN, G. Nanoparticles in the soil environment. **Elements**, Edmonton, v.6, p. 395-399, 2008.

TIPPOKOTTER, R. The effect of ultrasound on the stability of mesoaggregates (60-200 μm). *Zeitschrift Pflanzenernahrung und Bodenkunde*, **Weinheim**, Cambridge, v.157, n.6, p. 99-104, 1994.

TOMAZI, M. **Estabilidade da matéria orgânica em Latossolos do cerrado sob sistemas de uso e manejo**. 2008. 108 f. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) - Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

VASCONCELOS, L. G. T. R.; KATO, O. R.; NASCIMENTO, E. P. Estoque de C e diversidade florística de vegetação de pousio em áreas submetidas aos sistemas de corte-e-queima e corte-e-trituração em marapanim, Nordeste Paraense. **Revista Brasileira de Agroecologia**, Porto Alegre, v. 4, n. 2, p. 2558-2561, 2009.

WANG, W.X.; DEI, R.C.H. Bioavailability of iron complexed with organic colloids to the cyanobacteria *Synechococcus* and *Trichodesmium*. **Aquatic Microbial Ecology**, Oldendorf/Luhe, v.33, p.247-259, 2003.

WILSON, M.A.; TRAN, N.H.; MILEV, A.S.; KAMALI KANNANGARA, G.S.; VOLK, H.; MAX LU, G.Q. Nanomaterials in soils. **Geoderma**, Amsterdam. v. 146, p. 291-302, 2008.

ZINN, Y.L.; LAL, R.; RESCK, D.V.S. Changes in soil organic carbon stocks under agriculture in Brazil. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 84, n. 1, p. 28-40, 2005.

ZHU, H.; HAN, J.; XIAO, J.Q.; JIN, Y. Uptake, translocation, and accumulation of manufactured iron oxide nanoparticles by pumpkin plants. **Journal of Environmental Monitoring**, Cambridge, v.6, p. 713-717, 2008.