

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS/ FÍSICA

TALITA ROSAS FERREIRA

**PROPRIEDADES FÍSICAS DE UM CAMBISSOLO SUBMETIDO À CALAGEM
USANDO ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA E MICROTOMOGRÁFIA DE
RAIOS X**

PONTA GROSSA

2018

TALITA ROSAS FERREIRA

**PROPRIEDADES FÍSICAS DE UM CAMBISSOLO SUBMETIDO À CALAGEM
USANDO ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA E MICROTOMOGRÁFIA DE
RAIOS X**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências, área de concentração Física, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito para obtenção do título de Doutora em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Pires
Coorientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti

PONTA GROSSA

2018

Ficha Catalográfica Elaborada pelo Setor Tratamento da Informação BICEN/UEPG

- F383 Ferreira, Talita Rosas
 Propriedades físicas de um cambissolo submetido à calagem
 usando espectroscopia de fluorescência e microtomografia de
 raios X/ Talita Rosas Ferreira. Ponta Grossa, 2018.
 110f.
- Tese (Doutorado em Ciências – Área de Concentração : Física),
 Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Pires.
 Coorientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti
1. Espectroscopia de fluorescência de raios X. 2. Microtomografia
 computadorizada de raios X. 3. Acidez do solo. 4. Propriedades de
 interação da radiação com o solo. 5. Propriedades micromorfológicas
 e geométricas do solo. I. Pires, Luiz Fernando. II. Brinatti, André
 Maurício. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Doutorado em
 Ciências. IV. T.

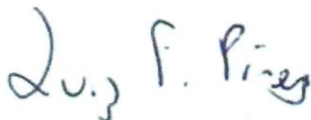
CDD : 539

TERMO DE APROVAÇÃO

TALITA ROSAS FERREIRA

“PROPRIEDADES FÍSICAS DE UM CAMBISSOLO SUBMETIDO À CALAGEM USANDO ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA E MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X”

Tese aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutora no Programa de Pós-Graduação em Ciências - Física da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora.



Orientador:

Prof. Dr. Luiz Fernando Pires
Departamento de Física, UEPG/PR



Prof. Dr. Sérgio da Costa Saab
Departamento de Física, UEPG/PR



Prof. Dr. Fabiano Manoel de Andrade
Departamento de Matemática, UEPG/PR



Prof. Dr. Robson André Armindo
Departamento de Solos e Engenharia Agrícola, UFPR



Prof. Dr. Fabiano Gilberto Wolf
Departamento de Engenharia da Mobilidade, UFSC

Ponta Grossa, 23 de abril de 2018.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me capacitar para os desafios que se apresentam.

Aos meus pais, Janete e Arnaldo, pelo carinho de todos os dias, pelo apoio e por acreditarem em mim.

Ao Gustavo, pelo amor e paciência em todos os momentos. E, também, pelas pizzas deliciosas!

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luiz F. Pires, pelos ensinamentos, pelas ideias inovadoras de estudo, por me proporcionar a oportunidade de realizar o estágio no exterior e, principalmente, por sempre me incentivar.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. André M. Brinatti, pela dedicação na realização deste trabalho e pelas contribuições para a minha formação, como pesquisadora e professora, desde o período da graduação.

Ao Profs. Drs. Richard J. Heck e Antonio C. D. Antonino, bem como aos demais integrantes do grupo de pesquisa do Laboratório de Tomografia Computadorizada de Raios X, pertencente ao Departamento de Energia Nuclear da UFPE, por viabilizarem a aquisição das imagens microtomográficas.

À Prof^a. Dr^a. Dorthé Wildenschild, responsável pelo *Multi-phase Flow and Micro-Imaging Lab* da *Oregon State University*, pela colaboração na etapa de processamento e análise das imagens microtomográficas.

Aos produtores rurais, Cláudio e Madalena Kruppke, e ao Dr. José A. B. dos Santos, por permitirem a coleta de amostras na área experimental considerada para o presente estudo.

Ao André C. Auler, pelo auxílio em atividades de campo e de laboratório.

À Jaqueline A. R. Borges, por todo o conhecimento compartilhado no que se refere às etapas de trabalho com imagens microtomográficas. Sua experiência foi de grande importância em diversas situações ao longo desta pesquisa. Sobretudo, sou grata pelo forte laço de amizade que construímos.

Aos amigos do grupo FASCA, pelos momentos bons e também pelos momentos difíceis que compartilhamos. Em especial, à Larissa F. Y. Molleta e à Aline M. H. dos Reis, pelos cafés acompanhados de longas conversas.

Aos Profs. Drs. Francisco C. Serbena e Pedro R. Júnior, que despertaram em mim o interesse pela pesquisa científica já no início da graduação.

Aos amigos queridos que o curso de Física me proporcionou, Fabiane, Crislaine, Marlon, Wander e Twigy: “Qualquer amizade que ultrapassa a marca de 7 anos é mais provável que dure uma vida inteira”. Obrigada, *jaguarada*!

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de doutorado e de doutorado sanduíche (88881.132800/2016-01) e ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), pelo financiamento do experimento realizado no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) (IMX-20160166).

*“There has been an alarming increase in the
number of things I know nothing about.”*

Ashleigh Brilliant

RESUMO

No presente estudo, foram investigados os efeitos da calagem superficial sobre: os atributos químicos, as propriedades de interação com a radiação e a estrutura (sistema poroso) de um Cambissolo Háplico aluminico. A estrutura do solo foi analisada em escala micrométrica, considerando monólitos (8×8×8 cm) e pequenos agregados do solo (2-4 e 1-2 mm de diâmetro). O experimento consistia de cinco faixas, uma delas em área de pasto, considerada como referência (REF) e representando as condições do solo antes da implementação do sistema de plantio direto (SPD), e as demais, sob SPD, receberam as seguintes doses de calcário: 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha⁻¹ aplicadas na superfície do solo. A coleta das amostras se deu aos trinta meses após o procedimento de calagem, nas camadas 0-10 cm (A) e 10-20 cm (B). Os atributos químicos do solo foram caracterizados de acordo com procedimentos experimentais padrões e a composição de óxidos do solo, obtida por meio de análise de espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX), foi usada para o cálculo do coeficiente de atenuação de massa do solo (μ_m), por meio do código computacional XCOM, para as energias de ≈ 60 keV (²⁴¹Am) e ≈ 662 keV (¹³⁷Cs). Os valores de μ_m foram utilizados para calcular as demais propriedades de interação da radiação com o solo e para simular as variações causadas na densidade (D) e porosidade total (P_t) do solo. Para a análise da estrutura do solo, foram utilizadas imagens 3D de microtomografia computadorizada de raios X (μ TC), com resolução espacial de 60 μ m (monólitos), e de μ TC utilizando radiação síncrotron (μ TC-RS), com resolução espacial de 1,64 μ m (agregados). A visualização, processamento e análise das imagens foram realizadas com o software Avizo Fire. Foram determinadas as seguintes propriedades micromorfológicas e geométricas: porosidade baseada na imagem (P'), número de poros (NP), distribuições de P' e NP em função de intervalos de volume, comprimento, alongamento, formato, conectividade e tortuosidade dos poros (monólitos); e: P', distribuições de P' e NP em função de intervalos de volume, conectividade, tortuosidade e dimensão fractal (agregados). Complementarmente, a composição elementar dos agregados do solo foi avaliada por meio de medidas de FRX. Na maioria dos casos, os efeitos da calagem concentraram-se na camada A, onde houve melhora nos atributos químicos e, portanto, no grau de acidez do solo, bem como houve aumento nas propriedades de interação da radiação em função das doses de calcário. O aumento nas propriedades de interação da radiação foi mais acentuado para a energia de ≈ 60 keV em relação a ≈ 662 keV e, no primeiro caso, as mudanças causadas em μ_m promoveram variação considerável na D e P_t do solo, demonstrando a relevância do estudo. A exemplo dos efeitos da calagem sobre o sistema poroso de monólitos do solo, na camada A, ressalta-se o aumento de P' e do número de poros em que o poro principal foi separado, os quais foram identificados como sendo mais alongados e mais conectados devido à calagem. A calagem promoveu ainda alterações no arranjo dos poros separados, em ambas as camadas, com a formação de poros cilíndricos na direção horizontal, o que pode ser atribuído ao estímulo da atividade da fauna do solo. Para os agregados de solo, na camada A, a porcentagem de cálcio foi elevada a um valor mais alto em agregados de 1-2 mm em comparação com aqueles de 2-4 mm, em função das doses de calcário. A calagem afetou negativamente a estrutura de pequenos agregados do solo, diminuindo a P' e aumentando a tortuosidade de poros para agregados de 1-2 mm. Além disso, a calagem reduziu a dimensão fractal em agregados de ambas as classes de tamanhos, em acordo com o fato de que, com a calagem, poros maiores foram substituídos por poros menores em agregados de 1-2 mm, conforme análises de natureza quantitativa e qualitativa.

Palavras-chave: Espectroscopia de fluorescência de raios X. Microtomografia computadorizada de raios X. Acidez do solo. Propriedades de interação da radiação com o solo. Propriedades micromorfológicas e geométricas do solo.

ABSTRACT

In the present study, effects of surface liming on: chemical attributes, soil-radiation interaction properties and the structure (porous system) of a Dystrudept soil were investigated. The soil structure was analyzed in micrometric scale, considering monoliths (8×8×8 cm) and tiny aggregates (2-4 and 1-2 mm in diameter). The trial consisted of five stripes, one of them under pasture, considered here as reference (REF), representing the soil conditions before the no-till system (NTS) implementation, and the remaining, under NTS, received the following lime rates: 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) and 20 (C20) t ha⁻¹ on the soil surface. Samples were collected thirty months after the liming procedure, at the 0-10 cm (A) and 10-20 cm (B) soil layers. The soil chemical attributes were characterized according to standard experimental procedures and the soil oxide composition, obtained by X-ray fluorescence spectroscopy (XRF), was used for the calculation of the soil mass attenuation coefficient (μ_m), by means of the computer code XCOM, for the energies of ≈ 60 keV (²⁴¹Am) and ≈ 662 keV (¹³⁷Cs). The μ_m values were used to calculate the remaining soil-radiation interaction properties and to simulate variations caused on soil density (D) and total porosity (P_t). For the soil structure analysis, 3D images of X-ray computed microtomography (μ CT), with spatial resolution of 60 μ m (monoliths), and 3D images of synchrotron radiation based X-ray computed microtomography (SR- μ CT), with spatial resolution of 1,64 μ m (aggregates) were used. The image visualization, processing and analysis were performed in the Avizo Fire software. The following micromorphological and geometrical properties were determined: image-based porosity (P'), number of pores (NP), distributions of P' and NP as function of volume intervals, length, elongation, shape, connectivity, and tortuosity of pores (monoliths); and: P', distributions of P' and NP as function of volume intervals, connectivity, tortuosity, and fractal dimension (aggregates). Additionally, the elemental composition of the soil aggregates was evaluated by XRF. In the majority of cases, liming effects were concentrated at layer A, where there was an improvement of soil chemical attributes and, therefore, of soil acidity level, as well as there was an increase in the soil-radiation interaction properties as function of lime rates. The increase in soil-radiation interaction properties was more accentuated for the energy of ≈ 60 keV in relation to ≈ 662 keV and, in the former case, the μ_m variation promoted considerable variation in D and P_t, demonstrating the relevance of the study. Highlighted instances of liming effects on the porous system of the soil monoliths, at layer A, were an increase in P' and in the number of pores into which the main soil pore was separated, which were identified as being longer and more connected due to liming. Moreover, liming promoted changes in the arrangement of the separated pores, at both soil layers, with the formation of cylindrical pores in the horizontal orientation, which can be attributed to stimulation of the soil fauna activity. Regarding the soil aggregates, at layer A, calcium was raised to a higher percentage in aggregates of 1-2 mm when compared to those of 2-4 mm, as function of the lime rates. Liming affected negatively the structure of the soil tiny aggregates, decreasing P' and increasing the tortuosity of pores for 1-2 mm aggregates. Besides, liming decreased the fractal dimension in aggregates from both size classes, in accord to the fact that, with liming, larger pores were replaced by smaller ones in 1-2 mm aggregates, as both quantitatively and qualitatively analyzed.

Keywords: X-ray fluorescence spectroscopy; X-ray computed microtomography; Soil acidity; Soil-radiation interaction properties. Soil micromorphological and geometrical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Representação esquemática das cinco faixas experimentais consideradas, medindo 30 m de comprimento por 5 m de largura: área de pasto (REF) e áreas sob sistema de plantio direto (SPD) com as doses 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha ⁻¹ de calcário. “x” representa os pontos de coleta selecionados para o presente estudo.	27
Figura 2.2 Comparação dos atributos químicos do solo após 18 (AULER et al., 2017) e 30 meses de calagem superficial na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm). Para essa comparação somente os tratamentos C0 e C15 foram considerados.....	34
Figura 2.3 Coeficientes de atenuação de massa do solo (μ_m) obtidos via XCOM em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a) ²⁴¹ Am e (b) ¹³⁷ Cs.....	35
Figura 2.4 Atributos químicos do solo correlacionados aos coeficientes de atenuação de massa do solo (μ_m) por uma função polinomial de segundo grau na camada A (0-10 cm), sob os tratamentos REF, C0, C10, C15 e C20, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a) ²⁴¹ Am e (b) ¹³⁷ Cs. R ² representa o coeficiente de determinação dos ajustes.....	36
Figura 2.5 Contribuições percentuais dos processos de espalhamento coerente, espalhamento incoerente e absorção fotoelétrica para a determinação dos coeficientes de atenuação de massa (μ_m) em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a, c, e) ²⁴¹ Am e (b, d, f) ¹³⁷ Cs.	40
Figura 2.6 Seções de choque atômica e eletrônica médias (σ_a e σ_e), número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a, c, e, g) ²⁴¹ Am e (b, d, f, h) ¹³⁷ Cs.....	42
Figura 2.7 Variação do coeficiente de atenuação de massa (μ_m), número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função da energia de fóton (E) (40-661,6 keV) com ajustes logarítmico e de lei de potência. Variação de N_{el} em função de Z_{ef} , com ajuste linear, no mesmo intervalo de energia, na (a, c, e, g) camada A (0-10 cm) e na (b, d, f, h) camada B (10-20 cm) do solo.	44
Figura 3.1 Diagrama esquemático dos procedimentos (à esquerda, cor cinza) e softwares (à direita, cor azul) adotados para o estudo (descrição à direita, cor rosa) das imagens de μ TC. NIKON XT H: equipamento microtomográfico; UH: Unidades Hounsfield.	55
Figura 3.2 (a) Visão lateral dos monólitos de solo com dimensão máxima de 8×8 cm para o plano horizontal de escaneamento; (b) sistema microtomográfico: fonte de raios X à esquerda e amostra de solo posicionada à direita; (c) sistema computacional de controle do microtomógrafo.	56
Figura 3.3 Representação esquemática da projeção de planos horizontais das amostras de solo sobre o detector do sistema microtomográfico, composto por 1920 colunas × 1536 linhas, para determinação da resolução espacial das imagens.	57
Figura 3.4 Esquema de processamento das imagens: filtragem, obtenção dos histogramas e segmentação.	59

Figura 3.5 (a) Representação dos diâmetros $D_{\text{máx}}$ e $D_{\text{méd}}$ de Feret; (b) Formato de um objeto a partir de seus diâmetros de Feret: a é equivalente a $D_{\text{máx}}$, b é equivalente a $D_{\text{méd}}$ e c é equivalente a $D_{\text{mín}}$ 63

Figura 3.6 Porosidade (P') do solo determinada via μTC , a partir de imagens com resolução espacial de 60 μm , e por meio de dados de retenção de água (RA) no solo, para o potencial matricial de -50 cm H_2O , na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm). (c) P' e (d) número de poros (NP) determinados via μTC para as camadas A e B, considerando volumes de poro maiores do que 0,002 mm^3 . Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições. 65

Figura 3.7 Distribuição normalizada da porosidade (P') e número de poros (NP) em função de intervalos de volume para a (a) camada A (0-10 cm) e para a (b) camada B (10-20 cm), considerando volumes de poros maiores que 0,002 mm^3 . Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições 67

Figura 3.8 (a) Volume do poro principal (VP_p) e (b) número de poros resultante da separação do poro principal (NP_s), para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm). Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições. 68

Figura 3.9 Valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para os 30 primeiros poros (índice do poro: 1 a 30) resultantes da separação do poro principal na (a,c,e) camada A (0-10 cm) e na (b,d,f) camada B (10-20 cm). Os poros foram organizados do (a,b) mais longo para mais curto, (c,d) mais alongado para o menos alongado e (e,f) menor para maior número de Euler (mais para menos conectado). 69

Figura 3.10 Imagens 3D de μTC representando os cinco primeiros poros mais longos, resultantes da separação do poro principal, para uma amostra de cada tratamento na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm), em que a sequência de cores: alaranjado, azul, vermelho, verde e amarelo retrata os poros do mais longo para o mais curto. Imagens 3D de μTC representando os poros residuais maiores que 0,1 mm^3 , na (c) camada A e na (d) camada B, para as mesmas amostras de cada tratamento. 70

Figura 3.11 Valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para os 30 primeiros poros (índice do poro: 1 a 30) residuais na (a,c,e) camada A (0-10 cm) e na (b,d,f) camada B (10-20 cm). Os poros foram organizados do (a,b) mais longo para mais curto, (c,d) mais alongado para o menos alongado e (e,f) menor para maior número de Euler (mais para menos conectado). 73

Figura 3.12 Distribuição normalizada do volume de poros residuais (VP_R) e número de poros residuais (NP_R) em função do formato de poros na (a,c) camada A (0-10 cm) e na (b,d) camada B (10-20 cm). Volumes de poros menores que 0,1 mm^3 foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições. 75

Figura 3.13 Número de Euler (conectividade) e Tortuosidade para (a,b) o poro principal e (c,d) a rede de poros residuais (com volumes de poros maiores que 0,002 mm^3), na camada A (0-10 cm) e na camada B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições. 76

Figura 4.1 Sequência dos procedimentos experimentais adotados para a separação dos agregados. Cada porção continha 100 g de agregados. X representa os tratamentos, C0, C10, C15 e C20 e Y representa as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. 87

Figura 4.2 (a) Classes de agregados que passaram por (b) maceração e peneiramento para as medidas de (c) FRX; (d) seleção de três agregados, para cada tratamento e camada, das classes CL3 e CL4 para análises de microtomografia de raios X por radiação síncrotron (μ TC-RS).	88
Figura 4.3 Diagrama esquemático dos procedimentos (à esquerda, cor cinza) e softwares (à direita, cor azul) adotados para o estudo (descrição à direita, cor rosa) das imagens de μ TC-RS. LNLs: Laboratório Nacional de Luz Síncrotron; IMX: Linha de Luz.	89
Figura 4.4 Fatia em 2D da região de interesse de uma das imagens microtomográficas (a) em escala de cinza, após filtro non-local means, onde os tons mais escuros representam a fase ar e os tons mais claros representam a fase de sólidos; (b) após segmentação pelo método watershed, onde a cor azul representa a fase ar; (c) após aplicação do módulo Create Mask para determinação do volume total de interesse (representação aproximada).	92
Figura 4.5 Diâmetro médio ponderado (DMP) de agregados para C0, C10, C15 e C20, na camada A (0-10 cm) e na camada B (10-20 cm). Barras verticais representam o desvio padrão para quatro repetições.	94
Figura 4.6 Análise de FRX de agregados de solo classificados nas seguintes classes: 8-19 (CL1), 4-8 (CL2), 2-4 (CL3), 0,25-2 (CL4) e 0,053-0,25 (CL5) mm, na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm) para C0, C10, C15 e C20. Elementos cuja contribuição foi menor que 0,5% foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.	95
Figura 4.7 Análise de FRX para amostras de terra fina seca ao ar, na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm), para C0, C10, C15 e C20. Elementos cuja contribuição foi menor que 0,5% foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.	96
Figura 4.8 Porosidade (P') determinada via μ TC-SR, a partir de imagens com tamanho de voxel de 1,64 μ m, para agregados com diâmetros de (a) CL3: 2-4 mm e (b) CL4: 1-2 mm para C0, C10, C15 e C20, nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.	97
Figura 4.9 Distribuição normalizada da porosidade (P') e número de poros (NP) em função de intervalos de volume, considerando agregados com diâmetros de (a) CL3: 2-4 mm e (b) CL4: 1-2 mm da camada A (0-10 cm) para C0, C10, C15 e C20. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.	99
Figura 4.10 (a,b) Seções transversais, (c,d) poro mais volumoso e (e,f) espaço poroso sem o poro mais volumoso, em que as diferentes cores representam poros isolados nas imagens de μ TC-RS de agregados com diâmetro de 1-2 mm, na camada A (0-10 cm) do solo, para C0 e C15.	100
Figura 4.11 Número de Euler, tortuosidade e dimensão fractal determinados via μ TC-SR, a partir de imagens com resolução espacial de 1,64 μ m, para agregados com diâmetros de (a,c,e) CL3: 2-4 mm e (b,d,f) CL4: 1-2 mm para C0, C10, C15 e C20 nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Rotação de culturas adotada a partir da implementação do experimento.	28
Tabela 2.2 Conteúdo de areia, silte e argila determinados para os tratamentos C0, C10, C15 e C20, na camada 0-20 cm do solo, em abril de 2014.	28
Tabela 2.3 Atributos químicos para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=4)..	32
Tabela 2.4 Análise de FRX para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=3).	35
Tabela 2.5 Coeficientes de correlação linear simples de Pearson (r) entre as contribuições individuais de óxidos e os coeficientes de atenuação de massa (μ_m) determinados com as energias de fóton das fontes radioativas de ^{241}Am e ^{137}Cs para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=3).	39
Tabela 2.6 Abundância fracional ($f_O + f_{Al} + \dots + f_{Zn} = 1$) dos elementos constituintes do solo para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo.	43
Tabela 2.7 Parâmetros de ajuste: do tipo lei de potência para a variação do coeficiente de atenuação de massa (μ_m) e logarítmico para a variação do número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função da energia (E) (40-661,6 keV); ajuste linear de N_{el} em função de Z_{ef} na mesma faixa de energia, considerando as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. R^2 representa o coeficiente de determinação.	45
Tabela 2.8 Valores de densidade (D) e porosidade total (P_t) do solo com base nos valores dos coeficientes de atenuação de massa (μ_m) determinados com as energias de fóton das fontes radioativas de ^{241}Am e ^{137}Cs para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) de um Cambissolo Háplico aluminico.	46

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Camada do solo de 0-10 cm
af	Absorção fotoelétrica
Al ³⁺	Alumínio (acidez) trocável
B	Camada do solo de 10-20 cm
C0	Solo sob SPD com aplicação de calcário na dose de 0 t ha ⁻¹
C10	Solo sob SPD com aplicação de calcário na dose de 10 t ha ⁻¹
C15	Solo sob SPD com aplicação de calcário na dose de 15 t ha ⁻¹
C20	Solo sob SPD com aplicação de calcário na dose de 15 t ha ⁻¹
Ca ²⁺	Cálcio trocável
CL1	Classe de agregados com diâmetro de 8-19 mm
CL2	Classe de agregados com diâmetro de 4-8 mm
CL3	Classe de agregados com diâmetro de 2-4 mm
CL4	Classe de agregados com diâmetro de 0,25-2 (FRX) e 1-2 mm (μTC-RS)
CL5	Classe de agregados com diâmetro de 0,053-0,25 mm
CO	Carbono orgânico
D	Densidade do solo
DMP	Diâmetro médio ponderado
D _p	Densidade de partículas do solo
ec	Espalhamento coerente
ei	Espalhamento incoerente
FRX	Espectroscopia de fluorescência de raios X
h	Potencial matricial
H+Al	Acidez potencial
Î	Imagem original
Î _{NL}	Imagem original com filtro <i>non-local means</i>
Î _{NL+UM}	Imagem original com filtros <i>non-local means</i> e <i>unsharp mask</i>
Î _{NL+UM+IG}	Imagem original com filtros <i>non-local means</i> e <i>unsharp mask</i> + aplicação do algoritmo <i>gradient mask</i>
Î _{NL+IG}	Imagem original com filtro <i>non-local means</i> + aplicação do algoritmo <i>gradient mask</i>
Mg ²⁺	Magnésio trocável
μTC	Microtomografia computadorizada de raios X

$\mu\text{TC-RS}$	μTC baseada no uso da radiação síncrotron
N_{el}	Densidade eletrônica
NP	Número de poros
NP_R	Número de poros residuais
NP_S	Número de poros resultante da separação do poro principal
P_t	Porosidade total do solo
P'	Porosidade baseada na imagem e/ou relacionada a um determinado intervalo de diâmetros equivalentes de poros (p. ex.: $\geq 60\ \mu\text{m}$ ou $\geq 1,64\ \mu\text{m}$)
pH	Potencial hidrogeniônico (acidez ativa)
pp	produção de pares
RA	Retenção de água
REF	Referência – representa as condições do solo prévias ao experimento
SPD	Sistema de plantio direto
V_p	Volume de poros
VP_P	Volume do poro principal
VP_R	Volume de poros residuais
V_t	Volume total
Z_{ef}	Número atômico efetivo

LISTA DE SÍMBOLOS

μ_m	Coeficiente de atenuação de massa
γ	Radiação ou raios gama
σ_m	Seção molecular
σ_a	Seção atômica
σ_e	Seção eletrônica
Ca	Cálcio
^{241}Am	Amerício-241
^{137}Cs	Césio-137
μ	Coeficiente de atenuação linear

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	17
Hipóteses.....	19
Objetivos Gerais.....	20
Objetivos Específicos	20
Referências.....	21
2 EFEITOS DA CALAGEM SUPERFICIAL SOBRE PROPRIEDADES DE INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM O SOLO	24
Resumo	24
Abstract.....	24
2.1 INTRODUÇÃO.....	25
2.2 MATERIAL E MÉTODOS	26
2.2.1 Amostragem.....	26
2.2.2 Análises do solo	28
2.2.2.1 Atributos Químicos.....	28
2.2.2.2 Técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX)	29
2.2.2.3 Propriedades de interação da radiação com o solo	30
2.2.2.4 Simulação de propriedades físicas do solo.....	31
2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
Conclusões	46
Referências.....	47
3 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X NA ANÁLISE DOS EFEITOS DA CALAGEM SOBRE O SISTEMA POROSO DO SOLO	51
Resumo	51
Abstract.....	51
3.1 INTRODUÇÃO.....	52
3.2 MATERIAL E MÉTODOS	54
3.2.1 Amostragem.....	54
3.2.2 Imagens microtomográficas.....	54
3.2.2.1 Sistema de μ TC e configurações do escaneamento	56
3.2.2.2 Etapas de reconstrução e processamento	57

3.2.2.3 Análises	60
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
3.3.1 Comparação entre técnicas	64
3.3.2 Domínio total de poros analisado em termos de P' e NP	65
3.3.3 Poro principal e poros residuais	66
3.3.4 Separação e caracterização do poro principal.....	67
3.3.4.1 Volume do poro principal (VP_P) e número de poros resultante da separação do poro principal (NP_S)	67
3.3.4.2 Comprimento, alongamento e número de Euler para os poros separados	68
3.3.5 Caracterização dos poros residuais	73
3.3.5.1 Comprimento, alongamento e número de Euler para os poros residuais.....	73
3.3.5.2 Classificação dos poros em termos de formato.....	74
3.3.6 Tortuosidade e conectividade: poro principal e poros residuais	75
Conclusões	77
Referências.....	78
4 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X POR RADIAÇÃO SÍNCROTRON NA AVALIAÇÃO DE EFEITOS DA CALAGEM EM AGREGADOS DO SOLO	83
Resumo	83
Abstract.....	83
4.1 INTRODUÇÃO.....	84
4.2 MATERIAL E MÉTODOS	85
4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	93
Conclusões	103
Referências.....	104
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	108
TRABALHOS FUTUROS.....	110

1 INTRODUÇÃO

Fisicamente, o solo é tradicionalmente descrito como um sistema trifásico, em que a fase sólida é composta de material orgânico e inorgânico, enquanto o espaço poroso é preenchido pelas fases líquida e gás (LAL; SHUKLA, 2004). A estrutura do solo pode ser entendida como o arranjo de sólidos e poros, em diferentes escalas, e é responsável por controlar muitos dos processos no interior deste meio poroso complexo, como a retenção e infiltração de água, trocas de gases, dinâmica da matéria orgânica e nutrientes, penetração de raízes e susceptibilidade à erosão, para citar alguns (RABOT et al., 2018). Em solos utilizados na agricultura, as propriedades relacionadas à estrutura do solo afetam expressivamente a sua produtividade.

Solos provenientes de regiões tropicais e subtropicais geralmente apresentam elevada acidez, o que limita a produção das culturas (TRITAN et al., 2016). A calagem é uma prática utilizada com a finalidade de corrigir a acidez do solo, reduzindo os efeitos negativos da toxicidade do Al e aumentando a disponibilidade de nutrientes como o cálcio, fósforo, nitrogênio e molibdênio às plantas (HAYNES; NAYDU, 1998; EDMEADES; RIDLEY, 2003). Essa prática favorece o desenvolvimento radicular das plantas, especialmente de raízes finas/alongadas e, conseqüentemente, pode atuar de forma indireta em mudanças positivas na estrutura do solo (SOUSA; DE MIRANDA; DE OLIVEIRA, 2007). A calagem está ainda relacionada a alterações na fauna do solo, as quais promovem mudanças no volume total de poros (GRIEVE; DAVIDSON; BRUNEAU, 2005). Além disso, é possível que ocorra aumento na agregação do solo, devido ao crescimento radicular favorecido pela calagem, uma vez que as raízes atuam como agentes temporários de ligação das partículas do solo (BRONICK; LAL, 2005).

A calagem superficial, sem aplicação de modos de incorporação do calcário, vem sendo amplamente empregada quando o solo é cultivado sob sistema de plantio direto (SPD) (GODSEY et al., 2007; BARBIERI et al., 2015). O SPD é um sistema de manejo conservacionista, em que o solo permanece sem revolvimento e é continuamente coberto. A cobertura se dá pelos resíduos das culturas ou por culturas próprias de cobertura, como uma forma de proteção contra a erosão, podendo ser associado a um sistema de rotação de culturas (BLANCO; LAL, 2008). No entanto, quando se deseja que a correção dos atributos químicos do solo seja eficaz em profundidade, são realizadas operações que promovem a incorporação do calcário por meio do revolvimento do solo, utilizando-se arados de disco e arados escarificadores (WEIRICH NETO et al., 2000; DOS SANTOS, 2015). Em um estudo dos

efeitos da calagem superficial e incorporada sobre atributos químicos e produção de grãos de um solo sob SPD, Caires; Barth e Garbuio (2006) demonstraram que a calagem superficial se destacou como melhor alternativa para neutralizar a acidez do solo, pois além de conservar a sua estrutura, proporcionou maior retorno econômico na produtividade. Crusciol et al. (2016) também relataram alterações positivas na produtividade de grãos devido à calagem superficial do solo.

Existem trabalhos na literatura que sugerem que a calagem promove a alteração de parâmetros associados à retenção de água no solo (AULER et al., 2017; BORTOLUZZI et al., 2008; CARMEIS FILHO et al., 2018). Por outro lado, alguns estudos indicam que a adição de calcário não é fator determinante de alteração das propriedades físico-hidráulicas do solo (AGUIAR, 2007; BORTOLANZA; KLEIN, 2016). Nesse contexto, são encontrados diversos trabalhos na literatura que relacionam a calagem com propriedades físico-hidráulicas do solo a partir de parâmetros derivados da curva de retenção de água (CRA) (AULER; PIRES; CAIRES, 2017; BALDOCK et al., 1994; TORMENA; ROLOFF; SÁ, 1998), medidas de condutividade hidráulica (BENNET et al., 2014) e infiltração de água (ROTH; PAVAN, 1991). A CRA consiste em uma função hidráulica do solo tradicionalmente utilizada na determinação concomitante da macroporosidade, microporosidade, capacidade de campo, quantidade de água disponível para as plantas, quantidade de água retida no potencial referente ao ponto de murchamento permanente, distribuição de poros em termos de tamanho (diâmetro equivalente), etc (PREVEDELLO; ARMINDO, 2015). Entretanto, a CRA não permite a avaliação do arranjo (*i.e.*, configuração) do espaço poroso do solo e, por este motivo, pode suprimir efeitos relacionados à distribuição espacial dos poros.

A microtomografia computadorizada de raios X (μ TC) é uma técnica não destrutiva e não invasiva baseada no processo de atenuação da radiação pela matéria, o que a torna ideal para a caracterização de meios porosos de diferentes densidades, como o solo, possibilitando analisar a estrutura interna da amostra (PIRES et al., 2010). Esta técnica pode fornecer informações sobre o número, área, perímetro, diâmetro, tortuosidade, conectividade, distribuição do tamanho de poros, etc. (PIRES et al., 2017; BORGES, 2015; CARDUCCI et al., 2014; PASSONI et al., 2015). Visto que os efeitos da calagem sobre as propriedades físicas do solo ocorrem de maneira indireta, a investigação viabilizada pela técnica de μ TC pode proporcionar um melhor entendimento das possíveis modificações causadas pelo uso do calcário e que frequentemente não são verificadas por meio da CRA ou qualquer outra técnica tradicional de análise do solo. No entanto, a concordância entre os resultados provenientes destas duas técnicas representa um indício da qualidade do pré-processamento das imagens

microtomográficas, de modo que tais técnicas podem ser utilizadas complementarmente (PIRES et al., 2017).

A técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX) fornece informações importantes a respeito da composição química elementar de materiais complexos como o solo, a exemplo, citam-se os estudos feitos por Brinatti et al. (2010) e Prandel et al. (2014). Por ser um procedimento que promove alterações em atributos químicos relacionados ao complexo de troca, espera-se também que a calagem altere a composição química elementar do solo. A técnica de FRX pode, portanto, auxiliar no estudo de efeitos da calagem, no sentido de que algumas medidas de propriedades físicas do solo (como sua densidade e porosidade), quando determinadas a partir do coeficiente de atenuação de massa do solo, dependem da composição elementar do mesmo (PIRES; MEDHAT, 2016). Ainda, alterações nos atributos químicos do solo influenciam o seu estado de agregação e, conseqüentemente, sua estrutura (REGELINK et al., 2015).

Diante do exposto acima, o presente trabalho aborda e explora os efeitos da calagem superficial sobre atributos químicos e propriedades físicas do solo e está organizado em capítulos, os quais foram estruturados nos moldes de artigos científicos (Capítulo 2, já publicado: Ferreira et al. (2018a), Capítulo 3, já publicado: Ferreira et al. (2018b) e Capítulo 4, submetido para publicação). Para maior compreensão, resumem-se e destacam-se na sequência: as hipóteses, os objetivos gerais e os objetivos específicos do presente trabalho de tese.

Hipóteses

Três hipóteses principais foram propostas e testadas:

- Quanto maior a dose de calcário, maior a eficiência na correção da acidez do solo;
- A calagem superficial promove alterações na composição química elementar do solo e, conseqüentemente, modificações nas propriedades de interação da radiação com o solo;
- A calagem superficial do solo cultivado em SPD promove efeitos positivos no sistema poroso do solo, melhorando a sua estrutura.

Objetivos Gerais

- Determinar os atributos químicos de um Cambissolo Háplico Alumínico e as propriedades de interação da radiação com esse solo, em uma área de referência (REF), que representa as condições do solo prévias ao experimento, e quando submetido à aplicação superficial das doses 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha⁻¹ de calcário em SPD, nas camadas de 0-10 cm (camada A) e 10-20 cm (camada B);
- Caracterizar o espaço poroso de:
 - I. monólitos de solo, com dimensões de 8×8×8 cm, provenientes dos tratamentos REF, C0 e C20, nas camadas A e B, a partir da análise de imagens microtomográficas com resolução espacial de 60 µm;
 - II. agregados de solo, com diâmetros de 2-4 e 1-2 mm, provenientes dos tratamentos C0, C10, C15 e C20, nas camadas A e B, a partir da análise de imagens microtomográficas com resolução espacial de 1,64 µm.

Objetivos Específicos

- Verificar se a implementação do SPD e a calagem superficial alteram os atributos químicos do solo, tais como: pH, teor de carbono orgânico, acidez potencial, alumínio, cálcio e magnésio trocáveis; e as propriedades de interação da radiação com o solo, tais como: coeficiente de atenuação de massa, seções de choque atômica e eletrônica, número atômico efetivo e densidade eletrônica;
- Determinar se a implementação do SPD e a calagem superficial promovem alterações na estrutura do solo, com base nas seguintes propriedades micromorfológicas e geométricas: porosidade, número de poros, distribuição da porosidade e número de poros em função de intervalos de volume, comprimento, alongamento, formato, conectividade e tortuosidade dos poros;
- Analisar se a calagem superficial do solo promove alterações na estrutura de agregados do solo com dimensões de 2-4 e 1-2 mm, com base nas seguintes propriedades micromorfológicas e geométricas: porosidade, distribuição da porosidade e número de poros em função de intervalos de volume, conectividade, tortuosidade dos poros e dimensão fractal.

Referências

- AGUIAR, L. I. G. **Propriedades Físico-Hídricas do Solo em Plantio Direto Após Calagem**. 2007. Instituto Agronômico, 2007. 71 f. Dissertação (Mestrado em Agricultura Tropical e Subtropical) – Instituto Agronômico, Campinas, 2007.
- AULER, A. C. et al. Effects of surface-applied and soil-incorporated lime on some physical attributes of a Dystrudept soil. **Soil Use and Management**, v. 33, n. 1, p. 129–140, 2017.
- AULER, A. C.; PIRES, L. F.; CAIRES, E. F. Surface and incorporated liming effects on clay dispersion, water availability, and aeration capacity of a Dystrudept soil. **Bragantia**, v. 76, n. 3, p. 433–446, 2017.
- BALDOCK, J. A. et al. Structural Amelioration of a South Australian red-brown earth using calcium and organic amendments. **Australian Journal of Soil Research**, v. 32, p. 571–594, 1994.
- BARBIERI, P. A. et al. Soybean and wheat response to lime in no-till Argentinean mollisols. **Soil and Tillage Research**, v. 152, p. 29–38, 2015.
- BENNETT, J. M. et al. Influence of lime and gypsum on long-term rehabilitation of a Red Sodosol, in a semi-arid environment of New South Wales. **Soil Research**, v. 52, n. 2, p. 120, 2014.
- BLANCO, H.; LAL, R. No-Till Farming. In: **Principles of Soil Conservation and Management**. Heidelberg, Germany: Springer Netherlands, 2008. p. 195–220.
- BORGES, J. A. R. **Tamanhos Elementares Representativos de Atributos do Solo via Atenuação de Raios Gama e Tomografia Computadorizada**. 2015. 119 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.
- BORTOLANZA, D. R.; KLEIN, V. A. Soil Chemical and Physical Properties on an Inceptisol after Liming (Surface and Incorporated) Associated with Gypsum Application. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 40, n. 0, 2016.
- BORTOLUZZI, E. C. et al. Efeito da calagem na relação entre solo e água. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 32, n. spe, p. 2621–2628, 2008.
- BRINATTI, A. M. et al. Mineralogical characterization of a highly-weathered soil by the Rietveld Method. **Scientia Agricola**, v. 67, n. 4, p. 454–464, 2010.
- BRONICK, C. J.; LAL, R. Soil structure and management: a review. **Geoderma**, v. 124, n. 1–2, p. 3–22, 2005.
- CAIRES, E. F.; BARTH, G.; GARBUIO, F. J. Lime application in the establishment of a no-till system for grain crop production in Southern Brazil. **Soil and Tillage Research**, v. 89, n. 1, p. 3–12, 2006.
- CARDUCCI, C. E. et al. Scaling of pores in 3D images of Latosols (Oxisols) with contrasting mineralogy under a conservation management system. **Soil Research**, v. 52, n. 3, p. 231, 2014.
- CARMEIS FILHO, A. C. A. et al. Changes in Soil Physical Properties and Carbon Protection Mechanisms by Surface Application of Lime in a Tropical No-Tillage System. **Soil Science**

Society of America Journal, v. 0, n. 0, p. 0, 2018.

CRUSCIOL, C. A. C. et al. Annual crop rotation of tropical pastures with no-till soil as affected by lime surface application. **European Journal of Agronomy**, v. 80, p. 88–104, 2016.

DE SOUSA, D. M. G.; DE MIRANDA, L. N.; DE OLIVEIRA, S. A. Acidez do Solo e sua Correção. In: **Fertilidade do Solo**. 1ª ed. Viçosa, Minas Gerais: Sociedade Brasileira de Ciencia do Solo, 2007. p. 205–274.

DOS SANTOS, J. A. B. **Qualidade física de um CAMBISSOLO HÁPLICO Alumínico submetido a doses e formas de aplicação de calcário**. 2015. Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2015. Disponível em: <<http://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/2281>>

EDMEADES, D. C.; RIDLEY, A. M. Using Lime to Ameliorate Topsoil and Subsoil Acidity. In: RENGEL, Z. (Ed.). **Handbook of Soil Acidity**. New York, NY, USA: Marcel Dekker AG, 2003. p. 40.

FERREIRA, T. R. et al. Surface liming effects on soil radiation attenuation properties. **Journal of Soils and Sediments**, v. 18, n. 4, p. 1641–1653, 2018.a.

FERREIRA, T. R. et al. X-ray microtomography analysis of lime application effects on soil porous system. **Geoderma**, v. 324, n. 15, p. 119–130, 2018.b.

GODSEY, C. B. et al. Management of Soil Acidity in No-Till Production Systems through Surface Application of Lime. **Agronomy Journal**, v. 99, n. 3, p. 764, 2007.

GRIEVE, I. C.; DAVIDSON, D. A.; BRUNEAU, P. M. C. Effects of liming on void space and aggregation in an upland grassland soil. **Geoderma**, . 125, n. 1–2, p. 39–48, 2005.

HAYNES, R. J.; NAIDU, R. Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, v. 51, n. 2, p. 123–137, 1998.

LAL, R.; SHUKLA, M. K. **Principles of Soil Physics**. New York, NY, USA: CRC Press, 2004.

PASSONI, S. et al. Three Dimensional Characterization of Soil Macroporosity by X-Ray Microtomography. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 2, p. 448–457, 2015.

PIRES, L. et al. Soil structure changes induced by tillage systems. **Soil and Tillage Research**, v. 165, p. 66–79, 2017.

PIRES, L. F. et al. Twenty-five years of computed tomography in soil physics: A literature review of the Brazilian contribution. **Soil and Tillage Research**, v. 110, n. 2, p. 197–210, 2010.

PIRES, L. F.; MEDHAT, M. E. Different methods of mass attenuation coefficient evaluation: Influences in the measurement of some soil physical properties. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 111, p. 66–74, 2016.

PRANDEL, L. V. et al. Mineralogical analysis of clays in hardsetting soil horizons, by X-ray fluorescence and X-ray diffraction using Rietveld method. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 95, p. 65–68, 2014.

PREVEDELLO, C. L.; ARMINDO, R. A. **Física do Solo**. 2. ed.: Ceso Luiz Prevello, 2015.

RABOT, E. et al. Soil structure as an indicator of soil functions: A review. **Geoderma**, v. 314, p. 122–137, 2018.

REGELINK, I. C. et al. Linkages between aggregate formation, porosity and soil chemical properties. **Geoderma**, v. 247–248, p. 24–37, 2015.

ROTH, C. H.; PAVAN, M. A. Effects of lime and gypsum on clay dispersion and infiltration in samples of a Brazilian Oxisol. **Geoderma**, v. 48, n. 3–4, p. 351–361, 1991.

TIRITAN, C. S. et al. Tillage system and lime application in a tropical region: Soil chemical fertility and corn yield in succession to degraded pastures. **Soil and Tillage Research**, v. 155, p. 437–447, 2016.

TORMENA, C. A.; ROLOFF, G.; SÁ, J. C. M. Propriedades físicas do solo sob plantio direto influenciadas por calagem, preparo inicial e tráfego. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 22, n. 2, p. 301–309, 1998.

WEIRICH NETO, P. H. et al. Correction of soil acidity in function of lime incorporation manners. **Ciência Rural**, v. 30, n. 2, p. 257–261, 2000.

2 EFEITOS DA CALAGEM SUPERFICIAL SOBRE PROPRIEDADES DE INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM O SOLO

Resumo

Neste estudo, analisaram-se os efeitos da calagem superficial do solo sobre os seus atributos químicos: pH, carbono orgânico, H+Al, Al^{3+} , Ca^{2+} e Mg^{2+} ; e sobre as propriedades de interação da radiação com o solo: coeficiente de atenuação de massa, μ_m , seções de choque atômica e eletrônica, σ_a e σ_e , número atômico efetivo, Z_{ef} , e densidade eletrônica, N_{el} . A motivação deste trabalho consiste no fato de que possíveis variações em μ_m podem causar alterações em propriedades físicas do solo. Um Cambissolo Háplico alumínico, de textura argilo-siltosa, foi utilizado neste estudo. O experimento possuía cinco faixas, uma delas em área de pasto e as demais, sob sistema de plantio direto (SPD), receberam as seguintes doses de calcário: 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha⁻¹. As amostras de solo foram coletadas nas camadas superficial (0-10 cm) e subsuperficial (10-20 cm) trinta meses após o procedimento de calagem. Os atributos químicos do solo foram caracterizados de acordo com procedimentos experimentais padrões. A composição de óxidos do solo, obtida por meio de análise de FRX, foi usada para o cálculo de μ_m , com o auxílio do código computacional XCOM, para as energias de ≈ 60 keV (^{241}Am) e ≈ 662 keV (^{137}Cs). Os valores de μ_m foram utilizados para calcular as propriedades σ_a , σ_e , Z_{ef} e N_{el} e simular as variações causadas na densidade (D) e porosidade total (P_t) do solo. A calagem promoveu aumento significativo nos teores de pH, Ca^{2+} e Mg^{2+} , enquanto reduziu significativamente H+Al e Al^{3+} na camada superficial do solo, na qual μ_m , σ_a , σ_e , Z_{ef} também aumentaram com as doses de calcário. Entretanto, na camada subsuperficial, a calagem não reduziu a acidez do solo e nem induziu alterações consideráveis nas propriedades de interação da radiação com o solo. Quando a energia de ≈ 662 keV foi utilizada, o espalhamento incoerente foi totalmente dominante entre os processos de interação enquanto que a absorção fotoelétrica e o espalhamento coerente contribuíram substancialmente quando a energia de ≈ 60 keV foi considerada. Portanto, o aumento nas propriedades de interação da radiação na camada superficial do solo foi mais acentuado para a energia de ≈ 60 keV em relação a ≈ 662 keV. Mudanças causadas em μ_m promoveram variação considerável em D e P_t somente para a energia de ≈ 60 keV. Os resultados envolvendo o efeito da variação de μ_m , devido à calagem, sobre a determinação de propriedades físicas do solo são extremamente relevantes porque, tradicionalmente, na física do solo, os valores de μ_m são calculados sem considerar qualquer modificação química à qual o solo possa ter sido submetido. Considerando que D e P_t são propriedades importantes, medidas não representativas de μ_m podem levar a valores não representativos dessas propriedades.

SURFACE LIMING EFFECTS ON SOIL-RADIATION INTERACTION PROPERTIES

Abstract

This study analyzes the effects of soil surface liming on its chemical attributes: pH, organic carbon, H+Al, Al^{3+} , Ca^{2+} and Mg^{2+} ; and on the soil-radiation interaction properties: mass attenuation coefficient, μ_m , atomic and electronic cross sections, σ_a and σ_e , effective atomic number and electron density, Z_{eff} and N_{el} . The motivation of this research relies on the fact that possible μ_m variation might cause as well variation in soil physical properties. A Dystrudept soil, of sity-clay texture, was used in this study. The trial consisted of five stripes, one of them under pasture and the remaining under no-till system (NTS), which received the following lime

rates: 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) and 20 (C20) t ha⁻¹. The soil samples were collected at the top (0-10 cm) and subsoil (10-20 cm) layers, thirty months after the liming procedure. The soil chemical attributes were characterized following standard experimental procedures. The soil oxide composition, obtained by XRF analysis, was used to calculate μ_m , with the help of the computer code XCOM, for the energies of ≈ 60 keV (²⁴¹Am) e ≈ 662 keV (¹³⁷Cs). The μ_m values were employed to calculate σ_a , σ_e , Z_{eff} and N_{el} and to predict variations in soil bulk density (D) and total porosity (P_t). Surface liming significantly increased contents of soil pH, Ca²⁺ and Mg²⁺ while significantly reduced H+Al and Al³⁺ at the top soil layer, where μ_m , σ_a , σ_e and Z_{eff} were also increased with the lime rates. However, at the subsoil layer, liming neither lessened soil acidity nor induced remarkable changes in the radiation interaction properties. When using the energy of ≈ 662 keV, incoherent scattering totally dominated over the radiation interaction processes whereas photoelectric absorption and coherent scattering substantially contributed when the energy of ≈ 60 keV was used. Therefore, the increasing in soil radiation interaction properties at the top soil layer was more accentuated considering the energy of ≈ 60 keV in relation to ≈ 662 keV. Variation in μ_m caused considerable variation in D and P_t only for the energy of ≈ 60 keV. The findings regarding the effect of μ_m variation, induced by liming, on the determination of soil physical properties are extremely relevant because traditionally, in the soil science area, μ_m values are calculated without considering any chemical modification to which the soil can be submitted. Bearing in mind that D and P_t are important properties, not representative measurements of μ_m can lead to not representative values of these properties.

2.1 INTRODUÇÃO

O coeficiente de atenuação de massa (μ_m) é um parâmetro importante de interação da radiação gama (γ) e X com materiais puros, compostos e misturas (HUBBELL, 1969). Para o solo, este parâmetro pode ser determinado experimentalmente por meio da técnica de atenuação de raios γ ou teoricamente a partir do conhecimento da sua composição química ou técnicas de simulação (Monte Carlo), com boa concordância entre tais metodologias (PIRES; PEREIRA, 2014; MEDHAT; PIRES; ARTHUR, 2014; PIRES; MEDHAT, 2016). A determinação teórica de μ_m pode ser realizada com a ajuda de códigos computacionais especificamente desenvolvidos para este propósito, como o software XCOM (BERGER; HUBBELL, 1987) e seu sucessor WinXCom (GERWARD et al., 2004), em uma larga faixa de energia (1 keV a 100 GeV).

Os programas mencionados levam em consideração os mecanismos de absorção e espalhamento (efeitos fotoelétrico, Compton, Rayleigh e produção de pares) por meio dos quais a radiação é atenuada pela matéria (KAPLAN, 1977). No caso de materiais compostos, os processos de interação da radiação estão relacionados com propriedades como o número atômico efetivo e a densidade eletrônica (Z_{ef} e N_{el}), os quais por sua vez dependem das seções de choque moleculares, atômicas e eletrônicas (σ_m , σ_a , σ_e) (HAN; DEMIR, 2009). Todas essas propriedades podem ser previstas com base no μ_m do solo e em sua composição química, conforme proposto em Medhat (2011) e Un e Sahin (2012).

Diversos estudos envolvendo a CRA (função hidráulica) e medidas de propriedades físicas do solo, tais como: umidade, densidade e porosidade tem sido desenvolvidos adotando-se a atenuação de raios γ e X como uma técnica acurada, conveniente e não-destrutiva (PIRES; BACCHI; REICHARDT, 2005; DEMIR et al., 2008; PIREs et al., 2009; COSTA; BORGES; PIREs, 2013). Entretanto, é importante que quaisquer medidas de propriedades físicas sejam representativas desse meio poroso. Sendo assim, embora seja provável que μ_m não varie drasticamente com a adição de corretivos no solo, como por exemplo o calcário, resultados tendenciosos de propriedades físicas, utilizando medidas de atenuação de fótons, podem ser obtidos caso tal variação não seja considerada.

A calagem é a prática mais utilizada na agricultura para corrigir a acidez do solo. O uso de aditivos à base de cálcio (Ca), como o calcário, provou aumentar o pH do solo e diminuir o alumínio trocável, consequentemente melhorando a produção agrícola (MORA; SCHNETTLER; DEMANET, 1999). As aplicações de calcário também induzem o aumento do conteúdo de matéria orgânica do solo a longo prazo (HAYNES; NAIDU, 1998). O calcário consiste em um composto de óxidos de Ca (CaO) e magnésio (MgO), podendo conter ainda teores de Ca e Mg na forma de carbonatos $[(Ca, Mg)CO_3]$ (JONES, 2003; AULER, 2014; DOS SANTOS, 2015). Assim, depois da solubilização, é possível que os conteúdos de CaO e MgO do solo aumentem devido à porção do calcário que não apresentou reação, o que pode promover alterações na composição elementar do solo. Alterações na composição elementar do solo, por sua vez, causam modificações em μ_m .

Este estudo tem como objetivo investigar os efeitos da calagem superficial, trinta meses após a aplicação do calcário, sobre os atributos químicos do solo e as propriedades de interação da radiação com o solo, nas camadas superficial (0-10 cm) e subsuperficial (10-20 cm). Também se avaliou o efeito de possíveis diferenças nos coeficientes de atenuação de massa, devido à calagem, nas medidas de densidade e porosidade do solo, considerando as duas fontes radioativas mais utilizadas na área de física aplicada a solos (^{241}Am e ^{137}Cs).

2.2 MATERIAL E MÉTODOS

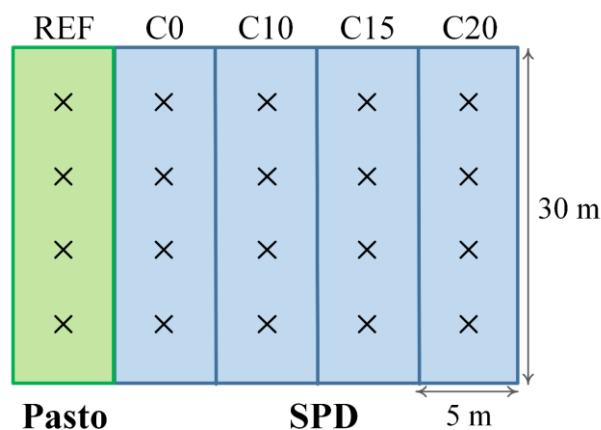
2.2.1 Amostragem

Amostras de um Cambissolo Háptico Alumínico (SANTOS et al., 2013), provenientes de um experimento instalado em maio de 2012, em uma área rural localizada no Distrito do Cerro da Ponte Alta, Irati, Paraná (25°28'S, 50°54'W e 821 m a.n.m) foram utilizadas neste estudo. Esse experimento foi inicialmente planejado para a investigação dos efeitos de doses e modos de aplicação do calcário sobre a qualidade física do solo, por meio de estudos de curvas

de resistência do solo à penetração de raízes (DOS SANTOS, 2015). Complementarmente, Auler (2014) investigou efeitos dos diferentes modos de aplicação do calcário, considerando somente a presença (uma única dose) ou ausência de calcário, sobre propriedades físico-hidráulicas do solo aqui considerado. De acordo com a caracterização realizada por estes dois autores, o solo em estudo apresentava textura argilo-siltosa (40, 467 e 493 g kg⁻¹ de areia, silte e argila, respectivamente) antes da instalação do experimento.

Cinco faixas experimentais foram consideradas: área de pasto (sem pisoteio intenso de animais) representando as condições do solo antes da implantação do sistema de plantio direto (SPD), aqui denominada referência (REF); e áreas sob SPD que receberam as seguintes doses de calcário: 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha⁻¹ (tonelada hectare⁻¹), as quais foram aplicadas na superfície do solo (Figura 2.1). As doses de calcário de 10, 15 e 20 t ha⁻¹ foram calculadas para elevar a saturação por bases, da camada 0-20 cm do solo, para 50%, 70% e 90%, respectivamente (DOS SANTOS, 2015). O calcário utilizado apresentava poder de neutralização de 100,57 %, reatividade de 74,67 %, poder relativo de neutralização total de 75,10 % e teores CaO, MgO e água de 285, 200 e 100 g kg⁻¹, respectivamente (AULER, 2014).

Figura 2.1 Representação esquemática das cinco faixas experimentais consideradas, medindo 30 m de comprimento por 5 m de largura: área de pasto (REF) e áreas sob sistema de plantio direto (SPD) com as doses 0 (C0), 10 (C10), 15 (C15) e 20 (C20) t ha⁻¹ de calcário. “x” representa os pontos de coleta selecionados para o presente estudo.



Fonte: A autora.

Trinta meses após a calagem, durante a floração do feijão, foram selecionados quatro pontos de coleta de amostras de solo em cada faixa experimental (Figura 2.1). As amostras deformadas foram coletadas nas camadas de 0-10 cm (camada A) e 10-20 cm (camada B) com o auxílio de enxadas e pás. A sequência cronológica do experimento é apresentada na Tabela 2.1 (AULER et al., 2017; AULER; PIRES; CAIRES, 2017; DOS SANTOS, 2015).

Tabela 2.1 Rotação de culturas adotada a partir da implementação do experimento.

Cultura	Estação	Data de semeadura ¹	Densidade de semeadura (sementes por m)	Espaçamento entrelinhas (m)	Manejo do Solo
Aveia preta + ervilhaca peluda	Out. – Inv.	31/05/2012	200 + 200	Semeadura superficial	Não
Milho	Pri. – Ver.	16/10/2012	8	0,90	*
Aveia preta	Out. – Inv.	18/05/2013	400	Semeadura superficial	Não
Milho	Pri. – Ver.	22/10/2013	8	0,90	*
Aveia preta	Out. – Inv.	2/06/2014	400	Semeadura superficial	Não
Feijão	Pri. – Ver.	10/11/2014	24	0,45	*

Fonte: André C. Auler, com base em dos Santos (2015).

Nota: ¹Datas aproximadas; *Uma semeadora-adubadora equipada com discos de corte liso foi utilizada para abertura do sulco e disco duplo para a deposição de adubo e semente, em acordo com requerimentos do SPD; Out.= outono, Inv. = Inverno, Pri. = Primavera; Ver.=Verão.

Na Tabela 2.2 encontram-se dispostos os conteúdos de areia, silte e argila, determinados em abril de 2014 (DOS SANTOS, 2015), para a camada 0-20 cm do solo, considerando os tratamentos C0, C10, C15 e C20. Segundo Dos Santos (2015), não houve diferença significativa na granulometria do solo entre os tratamentos (doses) avaliados. No trabalho de Dos Santos (2015), também podem ser consultadas informações relacionadas à média histórica de precipitação pluviométrica no período de 1963-2013 e, mais detalhadamente, ocorrida entre maio de 2012 e dezembro de 2013 e os dados de temperaturas (máximas e mínimas), no período de 2012 a 2013, na região onde o experimento foi conduzido.

Tabela 2.2 Conteúdo de areia, silte e argila determinados para os tratamentos C0, C10, C15 e C20, na camada 0-20 cm do solo, em abril de 2014.

	C0	C10	C15	C20
	----- (g kg ⁻¹) -----			
Areia	83 (24)	99 (32)	101 (22)	99 (29)
Silte	398 (25)	389 (25)	387 (25)	379 (18)
Argila	519 (10)	511 (26)	512 (23)	522 (17)

Fonte: Dos Santos (2015).

Nota: Os valores entre parênteses representam os desvios padrões.

2.2.2 Análises do solo

2.2.2.1 Atributos Químicos

Antes da serem submetidas às análises químicas, as amostras de solo foram secas em estufa com circulação forçada de ar (40 °C / 48h) e deformadas para que passassem em peneira de malha de 2 mm (FERREIRA et al., 2018). O teor de carbono orgânico (CO) do solo foi determinado de acordo com a adaptação do método Walkley-Black (VAN RAIJ et al., 2001). O pH do solo (acidez ativa) foi determinado por potenciometria em solução de cloreto de cálcio (CaCl₂) 0,01 mol L⁻¹ e relação solo:solução 1:2,5 (v/v). A acidez potencial (H+Al) foi

determinada por potenciometria em solução tampão SMP e relação solo:solução 1:2,5 (v/v). A acidez trocável (Al^{3+}) e os cátions básicos trocáveis (Ca^{2+} e Mg^{2+}) foram determinados em solução de cloreto de potássio (KCl) $1,0 \text{ mol L}^{-1}$, relação solo:solução 1:10 (v/v). O teor de Al^{3+} foi obtido por titulação com solução padronizada de NaOH $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ enquanto Ca^{2+} e Mg^{2+} foram obtidos por titulação com EDTA $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ (PAVAN et al., 1992).

Os teores de CO, pH, H+Al, Al^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} identificados aos 30 meses após a calagem, referentes ao presente estudo, foram comparados com aqueles obtidos aos 18 meses após a calagem, referentes ao estudo de Auler et al. (2017), também apresentado em Auler (2014), para os tratamentos C0 e C15. Esta comparação foi realizada com a anuência dos autores citados, tendo em vista que os mesmos desenvolveram um estudo dos efeitos da calagem superficial e incorporada sobre as propriedades físico-hidráulicas do mesmo solo investigado no presente trabalho, considerando no entanto somente as doses 0 e 15 t ha^{-1} (equivalentes a C0 e C15). A finalidade desta comparação foi verificar se houve diferenças nos efeitos do calcário sobre os atributos químicos do solo entre o segundo e o terceiro ano após a calagem.

2.2.2.2 Técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX)

Para as análises elementares das amostras de solo, utilizou-se um espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de energia (modelo EDX – 720, Shimadzu) equipado com tubo de Ródio (Rh). A voltagem do equipamento varia de 5 a 50 kV e a corrente de operação do filamento varia de 1 a $1000 \mu\text{A}$. O sistema de detecção do equipamento consiste de um semi-condutor de Si(Li) resfriado com nitrogênio líquido a $-196 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Procedimentos padrões de calibração foram realizados sempre que necessários (PIRES et al., 2016).

Três medidas foram realizadas para cada porção de amostra: $\approx 2 \text{ g}$, contendo alíquotas iguais provenientes das quatro amostras originais, para cada faixa experimental e camada de solo. As amostras foram reduzidas a diâmetros de partículas de $45 \mu\text{m}$ por meio de maceração em almofariz de ágata seguida de peneiramento e, então, foram colocadas em porta-amostras, fornecidos pelo fabricante do equipamento, cobertos com filme de Mylar ($6 \mu\text{m}$ de espessura). O tempo de medida para cada amostra foi de 100 s nas faixas de energia de Na-Sc (voltagem de 15 kV) e de Ti-U (voltagem de 50 kV). As medidas foram realizadas sob vácuo ($< 30 \text{ Pa}$), em modo semi-quantitativo, com saída de dados em termos de óxidos.

2.2.2.3 Propriedades de interação da radiação com o solo

O código computacional XCOM, disponibilizado eletronicamente pelo “National Institute of Standards and Technology”, foi utilizado para determinar o coeficiente de atenuação de massa do solo, $\mu_m = \mu/D$ ($\text{cm}^2 \text{ g}^{-1}$), em que μ é o coeficiente de atenuação linear (cm^{-1}) e D é a densidade do solo (g cm^{-3}). Para isso, as composições de óxidos obtidas via FRX foram adotadas como dados de entrada do código.

As energias dos fótons relacionados aos radioisótopos mais comumente utilizados como fontes radioativas em pesquisas envolvendo atenuação de raios γ , sendo elas: $\approx 60 \text{ keV}$ (^{241}Am) e $\approx 662 \text{ keV}$ (^{137}Cs), foram utilizadas para verificar o possível efeito de mudanças na composição química do solo em suas propriedades físicas (COREY; PETERSON; WAKAT, 1971; REGINATO, 1974; FERREIRA; PIRES, 2016).

Foram construídos gráficos dos valores de pH, teores de CO, H+Al, Al^{3+} , Ca^{2+} e Mg^{2+} contra os valores de μ_m para cada tratamento, os quais foram matematicamente ajustados por uma função polinomial de segundo grau. Além disso, foram realizadas análises de correlação linear simples, entre os valores de μ_m e as contribuições dos diferentes óxidos que compõe o solo, com o objetivo de determinar se variações em μ_m podem ser explicadas por variações nas proporções dos óxidos mais abundantes.

Para cada energia de fóton estudada, o código computacional XCOM forneceu as contribuições parciais dos processos físicos de espalhamento incoerente (ei), espalhamento coerente (ec), absorção fotoelétrica (af) e produção de pares (pp) na determinação de μ_m (BERGER; HUBBELL, 1987):

$$\mu_m = \mu_{m \text{ ei}} + \mu_{m \text{ ec}} + \mu_{m \text{ af}} + \mu_{m \text{ pp}}, \quad (2.1)$$

Os valores de μ_m também foram utilizados para calcular a seção de choque molecular (σ_m) (AKÇA et al., 2014):

$$\sigma_m = (\mu_m) \left(\frac{M}{N_A} \right), \quad (2.2)$$

onde $M = \sum_i n_i A_i$ é o peso molecular do composto, N_A é o número de Avogadro, A_i é o peso atômico do i -ésimo elemento e n_i é o número de unidades de fórmula na molécula.

As seções de choque atômica e eletrônica (σ_a e σ_e) foram obtidas por meio das seguintes equações (HAN; DEMIR, 2009):

$$\sigma_a = \frac{\sigma_m}{\sum_i n_i}, \quad (2.3)$$

$$\sigma_e = \frac{1}{N_A} \sum_i \frac{f_i A_i}{Z_i} (\mu_m)_i, \quad (2.4)$$

onde $\sum_i n_i$ é o número total de unidades de fórmula; $f_i = n_i / \sum_j n_j$ e Z_i correspondem respectivamente à abundância fracional e ao número atômico do elemento constituinte, n_j é o número de átomos do elemento constituinte e $\sum_j n_j$ é o número total de átomos presentes na fórmula molecular.

O número atômico efetivo (Z_{ef}) foi obtido relacionando as equações (2.2), (2.3) e (2.4) (HAN; DEMIR, 2009; AKÇA; ERZENEÖĞLU, 2014):

$$\sigma_m = \sigma_a \sum_i n_i = Z_{ef} \sigma_e \sum_i n_i, \quad (2.5)$$

$$\therefore Z_{ef} = \frac{\sigma_a}{\sigma_e}, \quad (2.6)$$

A densidade eletrônica (número de elétrons por unidade de massa) foi calculado como segue (MEDHAT; PIRES; ARTHUR, 2014):

$$N_{el} = \frac{\mu_m}{\sigma_e}. \quad (2.7)$$

Os valores de μ_m e as contribuições percentuais de ei , ec , af , σ_a , σ_e , Z_{ef} e N_{el} foram colocados em gráficos em função dos tratamentos (C0, C10, C15, C20) e REF, para as energias dos fótons γ das fontes de ^{241}Am e ^{137}Cs . A variação de μ_m , Z_{ef} , N_{el} (além do comportamento de Z_{ef} versus N_{el}), em função da energia do fóton (40 keV a ≈ 662 keV), foi apresentada graficamente com ajustes do tipo lei de potência, logarítmico e linear.

2.2.2.4 Simulação de propriedades físicas do solo

Quando um feixe de raios γ de intensidade incidente I_0 (medida em contagens por segundo, cps) interage com uma amostra de espessura x , a intensidade transmitida I (cps) através do meio absorvedor obedece a Lei de Beer-Lambert (JENKINS; GOULD; GEDCKE, 1995):

$$I = I_0 e^{-\mu_m D x}, \quad (2.8)$$

Portanto, os valores calculados de μ_m e fixos de I (62.035 cps), I_0 (506.458 cps) e x (6,027 cm), extraídos de um estudo previamente realizado (PIRES; PRANDEL; SAAB, 2014), com um solo de composição elementar similar ao investigado no presente estudo, foram utilizados para simular valores de densidade (D) e porosidade total (P_t) como segue:

$$D = \frac{1}{\mu_m x} \ln \left(\frac{I_0}{I} \right), \quad (2.9)$$

$$P_t = 1 - \frac{D}{D_p}. \quad (2.10)$$

onde D_p representa a densidade de partículas do solo, determinada com o uso de um multiplicnômetro a gás Hélio (modelo MVP-D160-E, “Quantachrome Instruments”). O valor médio de D_p obtido para as camadas A e B foram, respectivamente, 2,38 e 2,47 g cm⁻³.

2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Comparando C10, C15 e C20 com REF e C0 (Tabela 2.3), nota-se que a calagem superficial aumentou os teores de pH, Ca^{2+} e Mg^{2+} , enquanto reduziu H+Al e Al^{3+} na camada A. Por outro lado, na camada B, não houve alteração pronunciada dos atributos químicos. O fato de a calagem não ter sido eficiente para corrigir a acidez do solo na camada subsuperficial se deve à lenta mobilização do calcário ao longo da profundidade do solo, uma vez que o corretivo apresenta baixa solubilidade (ERNANI; RIBEIRO; BAYER, 2004). Não foi observado efeito isolado de manejo sobre os atributos químicos, em nenhuma das camadas, visto que os resultados para REF (área de pasto) e C0 (SPD sem calagem) praticamente não diferem entre si.

Tabela 2.3 Atributos químicos para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=4).

	pH	CO (g kg ⁻¹)	H+Al	Al ³⁺ ----- (cmol _c dm ⁻³) -----	Ca ²⁺	Mg ²⁺
Camada A						
REF	4,22 (0,22)	31,75 (6,29)	13,18 (2,72)	3,43 (2,04)	2,05 (1,09)	1,89 (0,76)
C0	3,93 (0,11)	36,50 (2,65)	15,35 (1,41)	4,15 (1,09)	1,53 (0,85)	2,55 (1,44)
C10	5,13 (0,43)	40,25 (7,59)	5,97 (2,04)	0,13 (0,15)	7,50 (2,16)	3,69 (2,45)
C15	5,59 (0,72)	42,00 (6,16)	4,31 (2,06)	0,10 (0,14)	8,95 (2,63)	4,63 (1,32)
C20	5,49 (0,48)	35,00 (1,83)	4,96 (2,11)	0,08 (0,05)	7,97 (1,75)	5,58 (0,88)
Camada B						
REF	3,95 (0,09)	18,50 (3,11)	16,82 (0,94)	6,30 (0,83)	0,90 (0,41)	1,01 (0,37)
C0	3,89 (0,09)	25,25 (2,06)	16,84 (1,29)	5,85 (1,29)	1,05 (0,61)	1,02 (0,54)
C10	4,01 (0,17)	23,50 (6,24)	15,42 (2,19)	5,28 (1,86)	1,61 (1,42)	1,53 (0,53)
C15	3,98 (0,09)	21,00 (1,63)	13,78 (3,80)	5,73 (0,67)	1,16 (0,43)	1,33 (0,17)
C20	3,99 (0,10)	20,50 (2,08)	15,62 (2,60)	5,90 (1,25)	1,30 (0,49)	1,76 (0,46)

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Nota: pH = em CaCl_2 . CO = teor de carbono orgânico (método Walkley-Black). H+Al = acidez potencial. Al^{3+} , Ca^{2+} and Mg^{2+} = alumínio, cálcio e magnésio trocáveis. n representa o número de repetições e os valores entre parênteses representam os desvios padrões.

Rheinheimer et al. (2000) realizaram um estudo considerando doses de calcário de 0, 2, 8, 5 e 17 t ha⁻¹ aplicadas de duas maneiras, superficialmente e incorporada, em um solo da região sul do Brasil. Esses autores relataram que a correção da acidez do solo na camada superficial foi proporcional à dose de calcário empregada, independente da forma de aplicação. No entanto, maiores valores de pH, CO e Ca^{2+} assim como menores valores de H+Al e Al^{3+} foram observados para C15 ao invés de C20, na camada A (Tabela 2.3). Isto indica que a maior dose de calcário (C20) não foi mais eficiente na correção da acidez do solo do que a dose intermediária (C15).

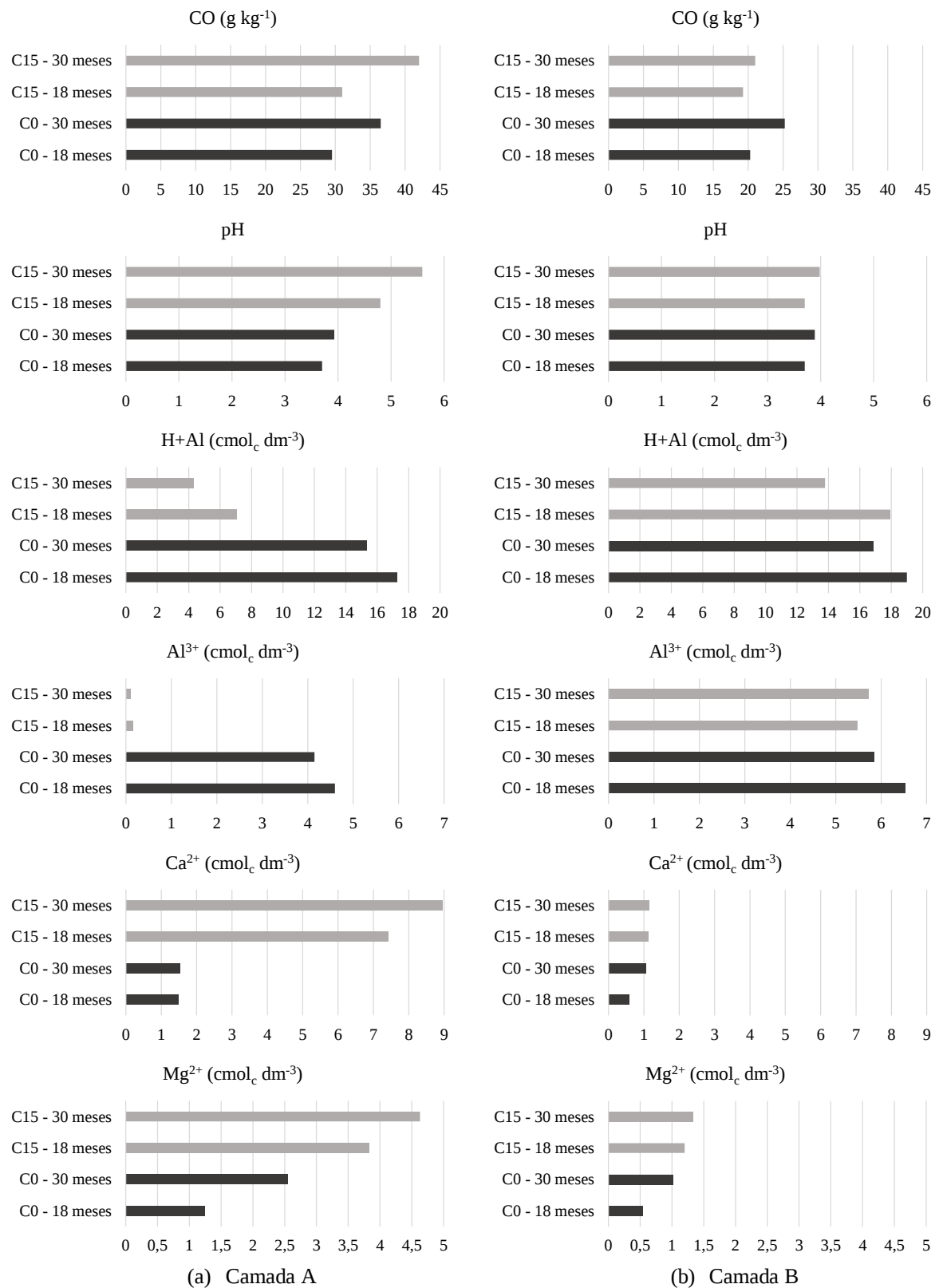
Observou-se que as alterações nos atributos químicos do solo, entre as avaliações feitas aos 18 (AULER et al., 2017) e aos 30 meses após a calagem, foram mais pronunciadas para

C15 do que para C0, na camada A (Figura 2.2). Isto indica que tais variações se devem não somente à rotação de culturas, cujos efeitos ocorrem exclusivamente para C0, mas estão ainda fortemente relacionadas ao tempo de reação do calcário no solo. As alterações nos atributos químicos do solo entre 18 e 30 meses foram mais sutis na camada B (Figura 2.2b) em relação a camada A (Figura 2.2a). Ademais, na camada B, somente a redução em H+Al foi mais pronunciada para C15 do que para C0. Isto indica que a acidez do solo em subsuperfície não foi reduzida no decorrer do tempo. Resultados similares de efeitos da calagem sobre os atributos químicos do solo em um período de quatro anos, nas profundidades 0-5, 5-10, 10-20 e 20-40 cm, são apresentados em Caires; Barth e Garbuió (2006).

Entre os óxidos constituintes do solo, são predominantes SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 (GARRISON, 2008) (Tabela 2.4). Considerando que o CaO não foi identificado para REF e C0 na camada A e para nenhum dos tratamentos na camada B, é razoável dizer que este óxido não faz parte da composição do solo estudado. Cambissolos são de fato pobres em óxidos básicos devido ao fato de que o seu material parental apresenta características ácidas (HUDNALL, 2011). Portanto, o aparecimento de CaO na camada A se deve exclusivamente à calagem e, como seria esperado, sua contribuição aumentou com o aumento da dose de calcário. Em virtude da lenta mobilização do calcário na profundidade do solo, o CaO não atingiu a subsuperfície em quantidade suficiente para que fosse detectada pela técnica de FRX (Tabela 2.4).

Sabe-se que fótons de baixa energia apresentam maior interação com a matéria em comparação aos fótons de mais alta energia (RANGACHARYULU, 2014). Por este motivo, valores mais baixos de μ_m foram obtidos para a energia de fóton da fonte radioativa de ^{137}Cs (Figura 2.3). Os valores de μ_m medidos estão em acordo com aqueles determinados em Pires et al. (2016) (^{241}Am : 0,2648-0,3018 e ^{137}Cs : 0,0764-0,0765 $\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$) para solos coesos brasileiros. Como pode ser visto na Figura 2.3, μ_m aumentou com o aumento da dose de calcário na camada A, considerando as duas energias de fótons estudadas (fontes de ^{241}Am e ^{137}Cs). Na camada B, entretanto, μ_m se manteve praticamente constante entre os tratamentos independentemente da energia de fóton adotada.

Figura 2.2 Comparação dos atributos químicos do solo após 18 (AULER et al., 2017) e 30 meses de calagem superficial na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm). Para essa comparação somente os tratamentos C0 e C15 foram considerados.

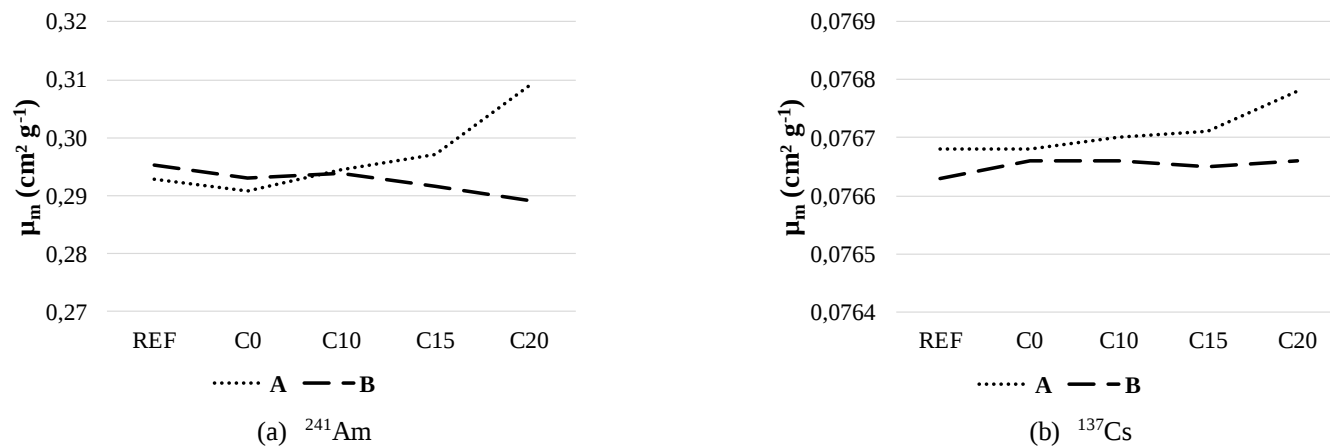


Fonte: Ferreira et al. (2018).

Tabela 2.4 Análise de FRX para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=3).

	Óxidos (g kg ⁻¹)										
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	SO ₃	TiO ₂	MnO	ZrO ₂	ZnO	Rb ₂ O
Camada A											
REF	608,88 (1,22)	299,93 (3,56)	--	52,93 (1,43)	15,57 (0,40)	12,69 (0,39)	9,01 (0,22)	0,41 (0,03)	0,38 (0,02)	0,08 (0,01)	0,11 (0,00)
C0	605,36 (0,55)	307,81 (0,75)	--	51,03 (1,06)	15,20 (0,13)	11,21 (0,13)	8,73 (0,13)	0,33 (0,02)	0,19 (0,02)	0,06 (0,00)	0,07 (0,00)
C10	609,71 (1,40)	291,52 (3,84)	8,50 (0,58)	52,08 (0,43)	14,73 (0,31)	13,47 (1,63)	8,84 (0,05)	0,69 (0,01)	0,27 (0,01)	0,08 (0,00)	0,09 (0,00)
C15	599,04 (1,52)	291,89 (2,06)	22,69 (0,63)	50,34 (0,46)	14,16 (0,74)	12,33 (0,15)	8,48 (0,09)	0,60 (0,02)	0,28 (0,01)	0,07 (0,00)	0,10 (0,01)
C20	582,85 (2,22)	262,33 (4,70)	68,71 (2,20)	48,09 (0,64)	14,16 (0,09)	14,06 (1,58)	8,72 (0,10)	0,67 (0,02)	0,24 (0,03)	0,08 (0,01)	0,08 (0,00)
Camada B											
REF	575,81 (1,52)	328,32 (2,02)	--	57,72 (0,62)	15,84 (0,05)	12,14 (0,55)	9,50 (0,12)	0,29 (0,02)	0,23 (0,02)	0,07 (0,01)	0,08 (0,01)
C0	593,73 (1,92)	316,11 (2,76)	--	54,10 (0,68)	15,18 (0,08)	11,47 (0,51)	8,59 (0,09)	0,27 (0,02)	0,34 (0,01)	0,06 (0,00)	0,12 (0,01)
C10	593,30 (0,18)	314,62 (0,32)	--	55,40 (0,37)	14,66 (0,03)	12,07 (0,56)	8,93 (0,06)	0,30 (0,02)	0,34 (0,02)	0,06 (0,00)	0,11 (0,01)
C15	585,61 (2,49)	327,22 (2,52)	--	52,82 (0,31)	14,86 (0,26)	9,78 (0,11)	9,05 (0,08)	0,26 (0,04)	0,23 (0,00)	0,06 (0,01)	0,08 (0,00)
C20	593,54 (4,47)	322,86 (3,96)	--	49,33 (0,52)	14,71 (0,13)	10,02 (0,53)	9,01 (0,08)	0,24 (0,02)	0,17 (0,02)	0,06 (0,01)	0,06 (0,01)

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Nota: Óxidos contribuindo com menos de 0,005 g kg⁻¹ foram desconsiderados. n representa o número de repetições e os valores entre parênteses representam os desvios padrões.Figura 2.3 Coeficientes de atenuação de massa do solo (μ_m) obtidos via XCOM em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a) ²⁴¹Am e (b) ¹³⁷Cs.

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Os gráficos dos atributos químicos da Tabela 2.3 contra os valores de μ_m (calculados para as energias de fóton do ^{241}Am e ^{137}Cs) para REF e tratamentos de calagem (Figura 2.3), na camada A, resultaram em curvas que, na maioria dos casos, foram bem ajustadas por uma função polinomial de segundo grau (Figura 2.4). Isso mostra que a variação de μ_m está de fato relacionada à calagem.

Figura 2.4 Atributos químicos do solo correlacionados aos coeficientes de atenuação de massa do solo (μ_m) por uma função polinomial de segundo grau na camada A (0-10 cm), sob os tratamentos REF, C0, C10, C15 e C20, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a) ^{241}Am e (b) ^{137}Cs . R^2 representa o coeficiente de determinação dos ajustes.

(continua)

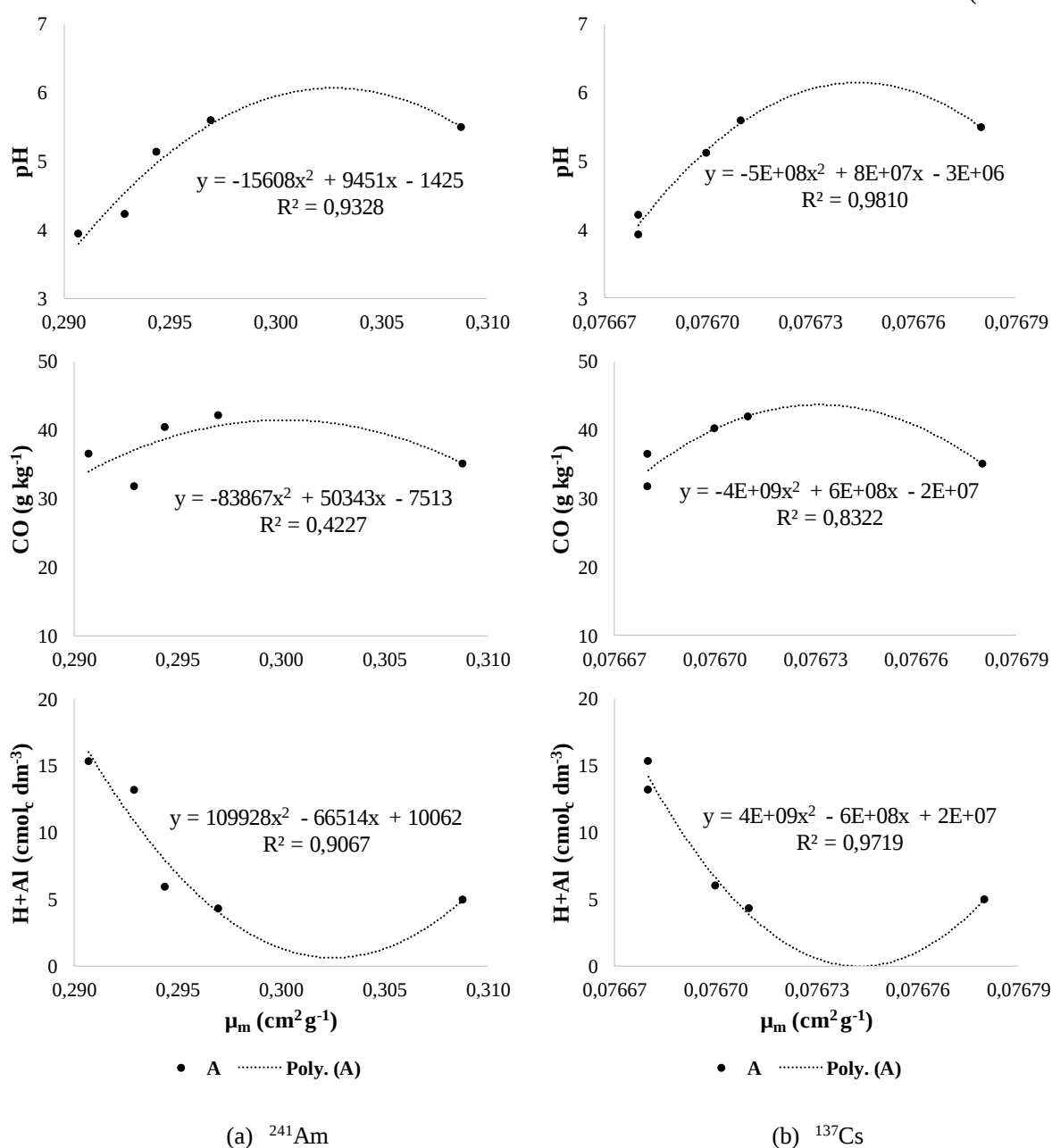
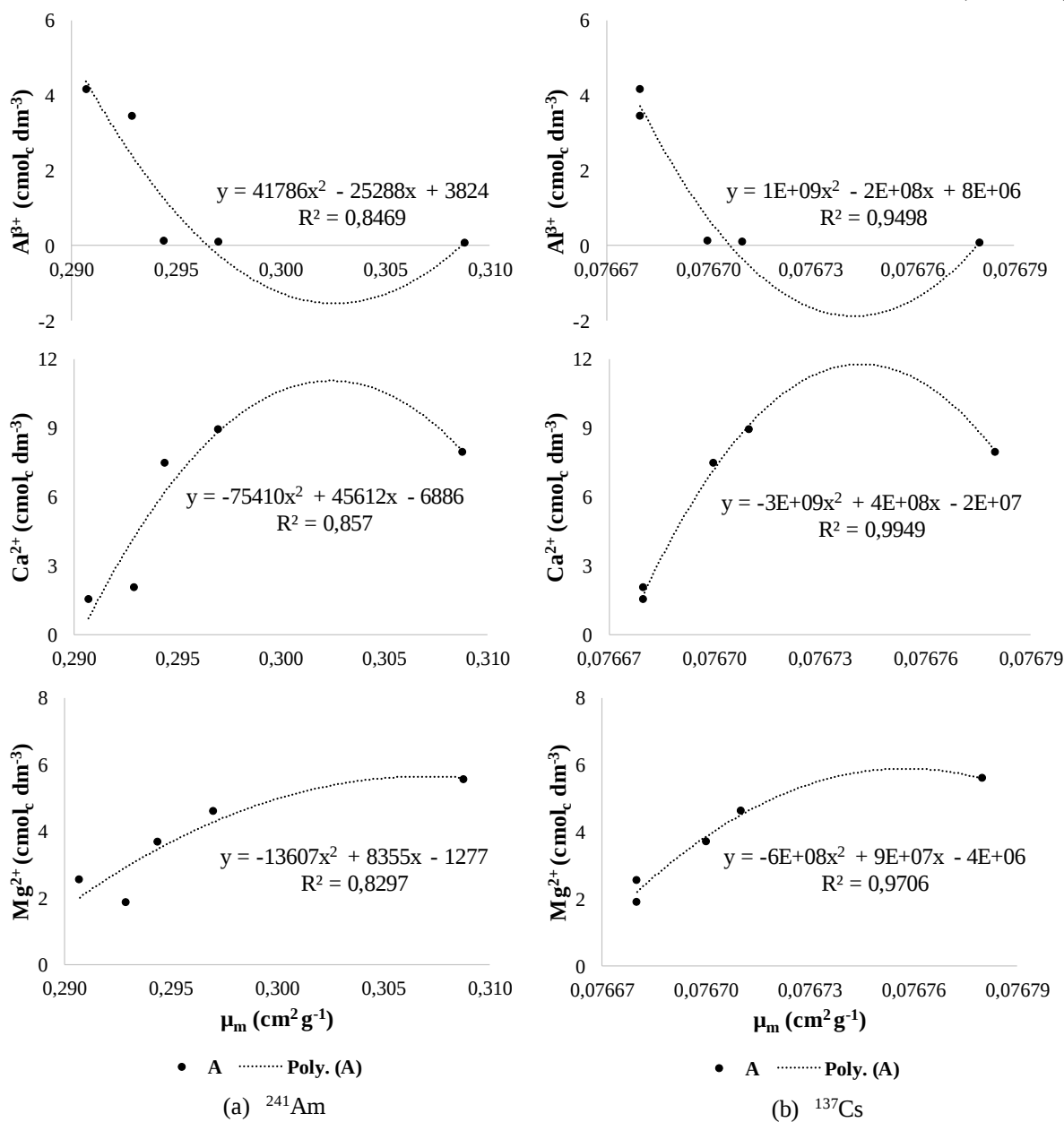


Figura 2.4 Atributos químicos do solo correlacionados aos coeficientes de atenuação de massa do solo (μ_m) por uma função polinomial de segundo grau na camada A (0-10 cm), sob os tratamentos REF, C0, C10, C15 e C20, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a) ^{241}Am e (b) ^{137}Cs . R^2 representa o coeficiente de determinação dos ajustes.

(conclusão)



Fonte: Ferreira et al. (2018).

Ressalta-se que os ajustes apresentados na Figura 2.4 podem não retratar os reais efeitos de doses entre 15 e 20 t ha^{-1} de calcário (máximos ou mínimos dos polinômios). Os ajustes propostos sugerem que uma determinada dose, entre 15 e 20 t ha^{-1} , maximizaria os teores de pH, CO, Ca^{2+} e Mg^{2+} enquanto minimizaria os teores de H+Al e Al^{3+} , o que não pôde ser testado no presente estudo. Além disso, os valores negativos de H+Al e Al^{3+} previstos pelos

ajustes, entre C15 e C20, não são quimicamente possíveis, sugerindo que, nesses casos, é provável que qualquer dose entre 15 e 20 t ha⁻¹ promoveria efeitos similares às doses testadas.

Dentre todos os atributos químicos avaliados, o CO foi o menos influente no aumento de μ_m (Figura 2.4). O CO serve como um parâmetro indireto na avaliação do conteúdo de matéria orgânica do solo, porém, mede somente a contribuição do carbono (BALDOCK; BROOS, 2011). A baixa influência do CO nos valores de μ_m se deve, portanto, ao fato de o carbono ser um elemento leve ($Z=6$). Na camada B, nenhuma curva de ajuste para os dados foi possível, sugerindo que a variação dos atributos químicos e dos valores de μ_m não estão associados nesta profundidade.

A análise de correlação linear simples entre os óxidos constituintes do solo (Tabela 2.4) e os valores de μ_m obtidos para cada tratamento (Figura 2.3) fornecem ainda evidências de que, na camada A, o aumento em μ_m foi mais fortemente relacionado ao aumento no conteúdo de CaO no solo (Tabela 2.5). Os coeficientes de correlação para as energias de fóton do ²⁴¹Am e ¹³⁷Cs são mais próximos na camada A do que na camada B. Isto ocorre provavelmente porque a variação em μ_m na camada B (Figura 2.3) apresentou um comportamento inverso quando se compara os resultados para as duas diferentes energias, isto é, μ_m respectivamente diminuiu e aumentou para ²⁴¹Am e ¹³⁷Cs. Portanto, na camada B, o decréscimo em μ_m para a energia de fóton do ²⁴¹Am deveu-se, principalmente, à redução no conteúdo de Fe₂O₃, o que está de acordo com o que foi encontrado em Pires et al. (2016), e o aumento em μ_m para a energia de fóton do ¹³⁷Cs foi induzida pelo aumento em SiO₂ (Tabela 2.5).

Tabela 2.5 Coeficientes de correlação linear simples de Pearson (r) entre as contribuições individuais de óxidos e os coeficientes de atenuação de massa (μ_m) determinados com as energias de fóton das fontes radioativas de ^{241}Am e ^{137}Cs para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo (n=3).

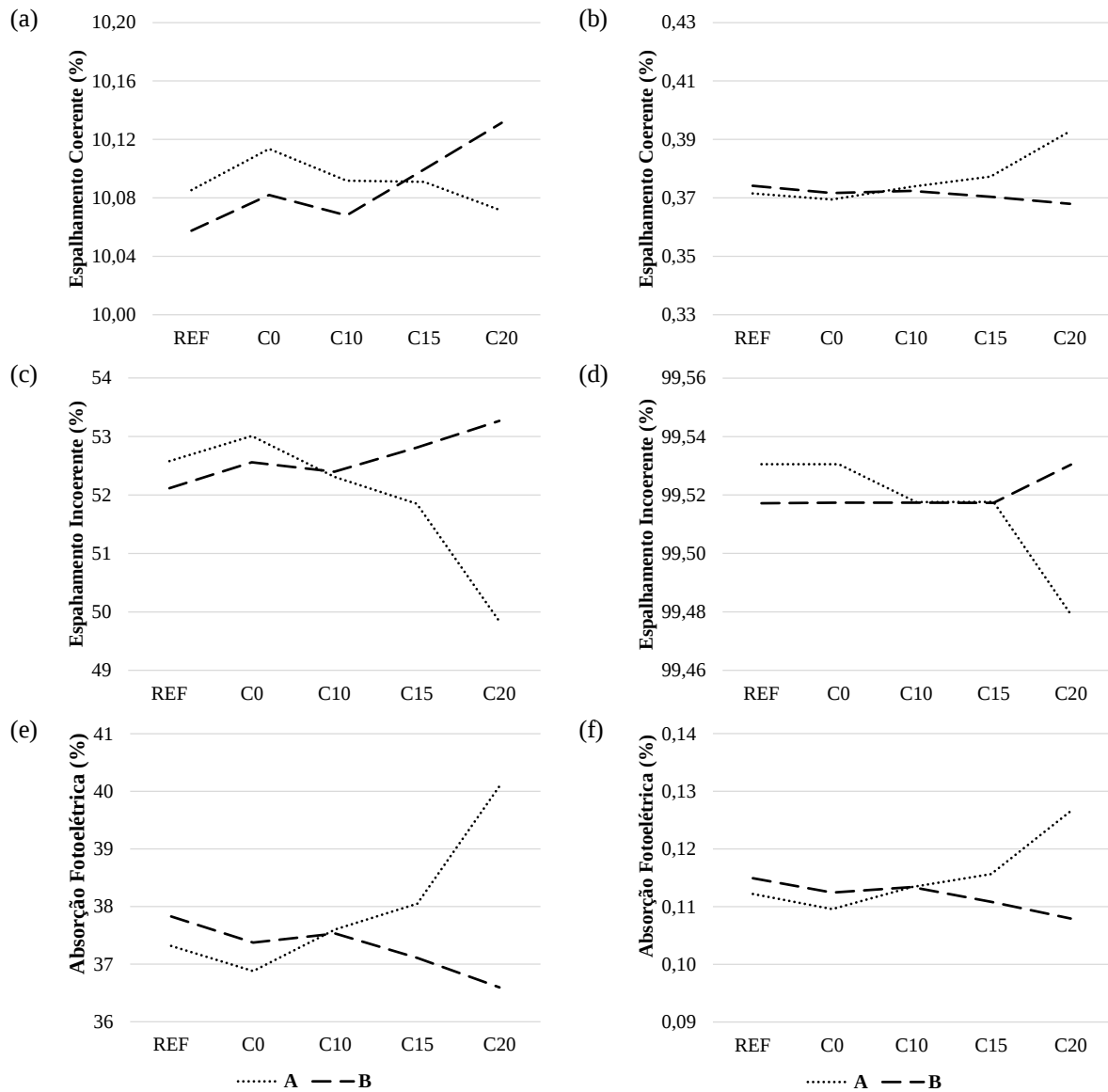
<i>Óxidos</i> (<i>g kg⁻¹</i>)	Camada A		Camada B	
	$r_{\mu(\text{Am-241})}$	$r_{\mu(\text{Cs-137})}$	$r_{\mu(\text{Am-241})}$	$r_{\mu(\text{Cs-137})}$
SiO ₂	-0,942*	-0,945*	-0,549	0,993*
Al ₂ O ₃	-0,986*	-0,981*	-0,053	-0,762
CaO	0,993*	0,996*	--	--
Fe ₂ O ₃	-0,861	-0,894*	0,996*	-0,644
K ₂ O	-0,733	-0,765	0,668	-0,862
SO ₃	0,757	0,735	0,875	-0,309
TiO ₂	-0,281	-0,325	0,321	-0,873
MnO	0,664	0,678	0,915*	-0,314
ZrO ₂	-0,143	-0,253	0,580	0,304
ZnO	0,545	0,499	0,854	-0,783
Rb ₂ O	-0,254	-0,356	0,583	0,296

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Nota: Valores maiores de r estão indicados em negrito; Valores destacados com o asterisco apresentam significância estatística ao nível de 95% de confiança (p-valor<0,05).

Na Figura 2.5, nota-se que o espalhamento incoerente foi o processo dominante de interação da radiação com a matéria, principalmente para os fótons γ da fonte radioativa de ^{137}Cs (~99,5 % da interação). De fato, o espalhamento incoerente deve ser dominante quando a energia do fóton incidente está em um intervalo intermediário de energias, ~100 keV até ~1 MeV (KUCUK; TUMSAVAS; CAKIR, 2013). Por outro lado, considerando a baixa energia de fóton característica da fonte radioativa de ^{241}Am , a contribuição do espalhamento incoerente foi reduzido para aproximadamente metade do total (Figura 2.5c), com contribuições consideráveis dos processos de absorção fotoelétrica (Figura 2.5e) e espalhamento coerente (Figura 2.5a).

Figura 2.5 Contribuições percentuais dos processos de espalhamento coerente, espalhamento incoerente e absorção fotoelétrica para a determinação dos coeficientes de atenuação de massa (μ_m) em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a, c, e) ^{241}Am e (b, d, f) ^{137}Cs .



Fonte: Ferreira et al. (2018).

A seção de choque do espalhamento incoerente é fracamente influenciada pela composição química do material, pois varia linearmente com Z . As seções de choque fotoelétrica e de espalhamento coerente, por outro lado, apresentam maior dependência em relação ao número atômico dos elementos constituintes (Z^4 a Z^5 e Z^2 a Z^3 , respectivamente) (MEDHAT; PIRES; ARTHUR, 2014). Assim, levando em consideração as variações na composição química do solo devido aos tratamentos, as maiores alterações em μ_m , observadas para os fótons γ da fonte radioativa de ^{241}Am em comparação ao ^{137}Cs (Figura 2.3), são

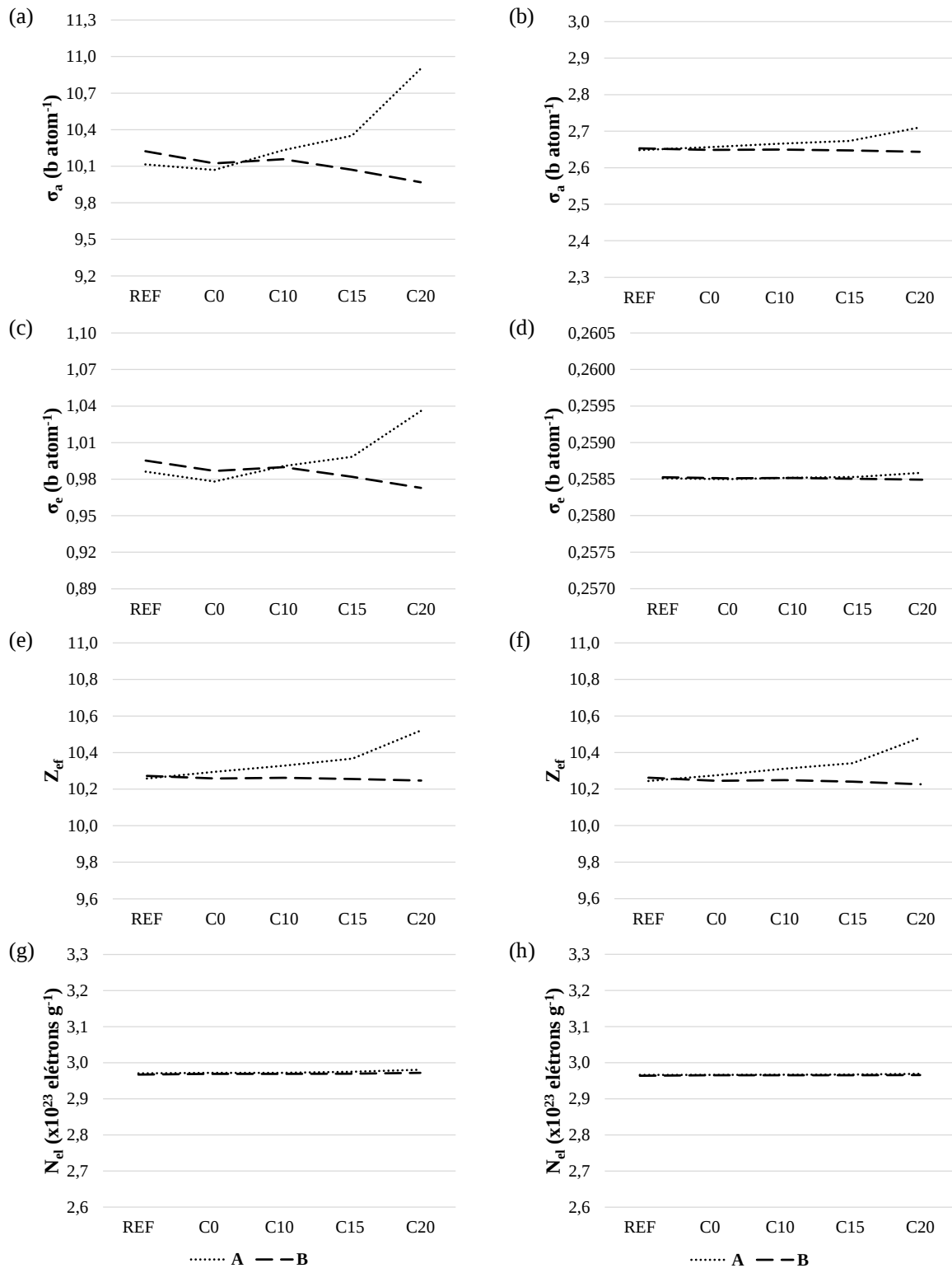
explicadas pelas diferentes contribuições dos processos de espalhamento e absorção entre as energias de fóton consideradas (Figura 2.5).

A suposição de que os átomos originais em uma determinada molécula ou composto podem ser substituídos por um número equivalente de átomos “médios”, cada um possuindo o mesmo número atômico, leva à ideia de número atômico efetivo (Z_{ef}) (MANOHARA et al., 2010). Z_{ef} depende não somente dos números atômicos dos diversos elementos que constituem o composto e suas proporções relativas, mas também do número de elementos presentes nesse material (MUDAHAR; SAHOTA, 1988; BALTAŞ; ÇEVIK, 2008). Uma demonstração da dependência de Z_{ef} em relação à composição química de aminoácidos pode ser encontrada em Manohara e Hanagodimath (2007).

O solo em estudo possui em sua composição elementos de número atômico variando de 8 (O) a 40 (Zr) e, como esperado, Z_{ef} encontra-se dentro deste intervalo (Figuras 2.6e e 2.6f). Entretanto, Z_{ef} varia inversamente com o somatório dos valores de f_i de cada elemento constituinte do solo (ver Eqs. 2.4 e 2.6) e os elementos que apresentam maior f_i são: O (8), Si (14) e Al (13) (Tabela 2.6). Por esta razão, Z_{ef} está mais próximo ao limite de variação inferior de Z .

Conforme o número de elementos químicos constituintes do solo aumentou, quando Ca começou a contribuir para os dados devido às doses de calcário (Tabela 2.6), na camada A, Z_{ef} também aumentou (Figuras 2.6e e 2.6f). Deste modo, na camada A, o aumento da contribuição do processo de absorção fotoelétrica (Figuras 2.5e e 2.5f) e consequente diminuição na contribuição do processo de espalhamento incoerente (Figuras 2.5c e 2.5d), com as doses de calcário, podem ser relacionados ao aumento em Z_{ef} (ÖNDER et al., 2012). Isto se deve à maior dependência de Z no caso da absorção fotoelétrica em comparação com o espalhamento incoerente (KAPLAN, 1977). Na camada B, Z_{ef} se manteve praticamente constante entre os tratamentos e, consequentemente, menores diferenças nas porcentagens de cada processo de interação foram identificadas.

Figura 2.6 Seções de choque atômica e eletrônica médias (σ_a e σ_e), número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função dos tratamentos (REF, C0, C10, C15 e C20), nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo, para as energias de fóton das fontes radioativas de (a, c, e, g) ^{241}Am e (b, d, f, h) ^{137}Cs .



Fonte: Ferreira et al. (2018).

Tabela 2.6 Abundância fracional ($f_O + f_{Al} + \dots + f_{Zn} = 1$) dos elementos constituintes do solo para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo.

	Abundância fracional				
	REF	C0	C10	C15	C20
Camada A					
O (8)	0,495	0,496	0,494	0,491	0,483
Si (14)	0,285	0,283	0,285	0,280	0,272
Al (13)	0,159	0,163	0,154	0,154	0,139
Ca (20)	--	--	0,006	0,016	0,049
Fe (26)	0,037	0,036	0,036	0,035	0,034
K (19)	0,013	0,013	0,012	0,012	0,012
S (16)	0,005	0,004	0,005	0,005	0,006
Ti (22)	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
Camada B					
O (8)	0,492	0,494	0,494	0,494	0,495
Si (14)	0,269	0,278	0,277	0,274	0,277
Al (13)	0,174	0,167	0,167	0,173	0,171
Fe (26)	0,040	0,038	0,039	0,037	0,035
K (19)	0,013	0,013	0,012	0,012	0,012
S (16)	0,005	0,005	0,005	0,004	0,004
Ti (22)	0,006	0,005	0,005	0,005	0,005

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Nota: Valores entre parênteses representam o número atômico de cada elemento. A abundância fracional dos elementos Mn (25), Zr (40), Zn (30) e Rb (37) correspondem a menos de 0,001.

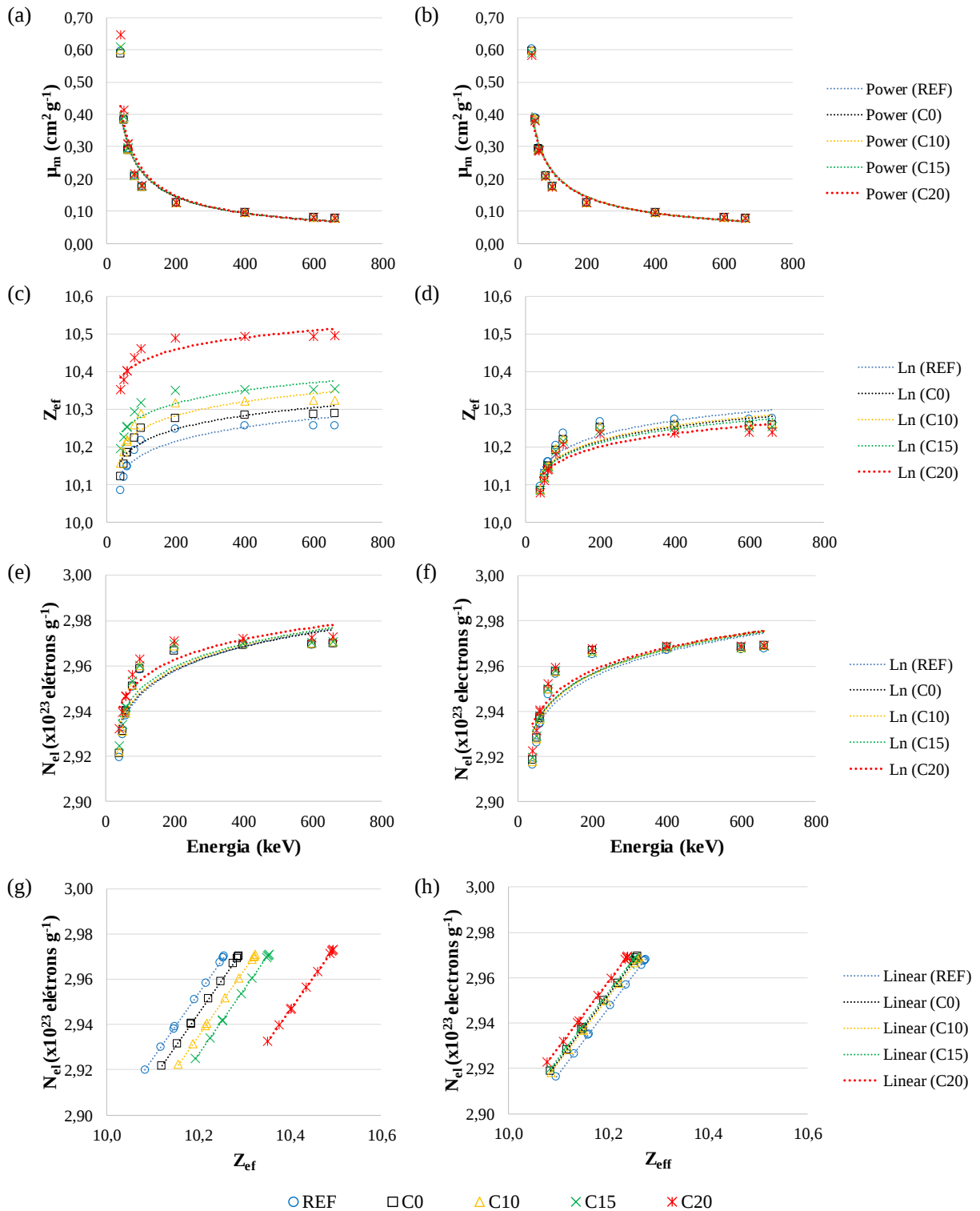
Na Figura 2.6, é possível perceber que a tendência de comportamento de todas as propriedades de interação da radiação com o solo (σ_a , σ_e , Z_{ef} e N_{el}) é equivalente para ambas as energias de fóton analisadas. No entanto, houve menor variação dessas propriedades para o fóton γ da fonte radioativa de ^{137}Cs do que para ^{241}Am , devido à predominância do processo de espalhamento incoerente no primeiro caso e maior contribuição no processo de absorção fotoelétrica no último (Figura 2.5). Ambas as seções de choque, atômica e eletrônica, aumentaram com o aumento da dose de calcário, o que significa que as amostras que foram submetidas à calagem apresentam maior probabilidade de atenuar os fótons de raios gama, em acordo com a variação de μ_m (Figura 2.3) (EISBERG, 1985).

A Figura 2.7 mostra como μ_m , Z_{ef} e N_{el} variaram para a faixa de energia de 40 a ≈ 662 keV. É possível verificar que neste intervalo de energia, μ_m variou de $\approx 0,60 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ até $\approx 0,10 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ obedecendo uma lei de potência (Figuras 2.7a e 2.7b; Tabela 2.7) e a variação devido aos tratamentos foi mais evidente em baixas energias, como visto na Figura 2.3.

Para todos os tratamentos, Z_{ef} aumentou abruptamente de 40 a 200 keV e, então, passou a aumentar de forma menos acentuada, sendo bem representado por uma função logarítmica (Figuras 2.7c e 2.7d; Tabela 2.7). O comportamento descrito para Z_{ef} é muito similar àquele apresentado em Medhat; Pires e Arthur (2014), no mesmo intervalo de energia, para oito solos provenientes das regiões sudeste e sul do Brasil. As diferenças em Z_{ef} entre os tratamentos

permaneceram praticamente as mesmas sobre toda a faixa de energia considerada, sem maximização em regiões de baixas ou altas energias (Figuras 2.7c e 2.7d).

Figura 2.7 Variação do coeficiente de atenuação de massa (μ_m), número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função da energia de fóton (E) (40-661,6 keV) com ajustes logarítmico e de lei de potência. Variação de N_{el} em função de Z_{ef} , com ajuste linear, no mesmo intervalo de energia, na (a, c, e, g) camada A (0-10 cm) e na (b, d, f, h) camada B (10-20 cm) do solo.



Fonte: Ferreira et al. (2018).

Tabela 2.7 Parâmetros de ajuste: do tipo lei de potência para a variação do coeficiente de atenuação de massa (μ_m) e logarítmico para a variação do número atômico efetivo (Z_{ef}) e densidade eletrônica (N_{el}) em função da energia (E) (40-661,6 keV); ajuste linear de N_{el} em função de Z_{ef} na mesma faixa de energia, considerando as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. R^2 representa o coeficiente de determinação.

	Camada A			Camada B		
	a	b	R^2	a	b	R^2
$\mu_m = aE^b$						
REF	4,097	-0,631	0,926	4,206	-0,635	0,926
C0	4,002	-0,627	0,927	4,103	-0,631	0,926
C10	4,161	-0,633	0,926	4,141	-0,632	0,926
C15	4,270	-0,637	0,925	4,045	-0,628	0,927
C20	4,799	-0,656	0,923	3,940	-0,624	0,927
$Z_{ef} = a \ln(E) + b$						
REF	0,054	9,926	0,822	0,057	9,930	0,820
C0	0,052	9,970	0,827	0,055	9,923	0,818
C10	0,053	10,000	0,816	0,056	9,924	0,816
C15	0,050	10,048	0,815	0,053	9,928	0,819
C20	0,046	10,215	0,830	0,051	9,933	0,806
$N_{el} = a \ln(E) + b$						
REF	0,016	2,287	0,822	0,016	2,868	0,820
C0	0,015	2,878	0,827	0,016	2,872	0,818
C10	0,015	2,877	0,816	0,016	2,871	0,816
C15	0,015	2,883	0,815	0,015	2,875	0,819
C20	0,013	2,894	0,830	0,015	2,880	0,806
$N_{el} = aZ_{ef} + b$						
REF	0,290	$-2,10^{-11}$	1,000	0,289	$-9,10^{-12}$	1,000
C0	0,289	$-1,10^{-11}$	1,000	0,289	$-2,10^{-11}$	1,000
C10	0,288	0,000	1,000	0,289	$4,10^{-11}$	1,000
C15	0,287	0,000	1,000	0,290	$3,10^{-11}$	1,000
C20	0,283	$-7,10^{-11}$	1,000	0,290	$-2,10^{-11}$	1,000

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Assim como Z_{ef} , N_{el} também variou de forma logarítmica com a energia, como pode ser observado nas Figuras 2.7e e 2.7f e na Tabela 2.7. Diversos estudos, tais como os desenvolvidos por Baltaş e Çevik (2008); Medhat (2011) e Marashdeh et al. (2015) relataram que Z_{ef} e N_{el} variam de maneira similar com a energia. Isto foi confirmado a partir do gráfico de N_{el} versus Z_{ef} (Figuras 2.7g e 2.7h), o qual resultou em uma relação linear entre essas duas propriedades de interação da radiação com a matéria. É importante mencionar que a escala dos gráficos na Figura 2.7 foi ampliada em relação aos gráficos da Figura 2.6 para uma melhor visualização das variações em N_{el} e Z_{ef} .

As variações em μ_m devido à calagem, apesar de pequenas, causaram mudanças importantes nos valores de D e P_t , quando a energia de fóton da fonte radioativa de ^{241}Am foi utilizada, no sentido de que maiores valores de μ_m forneceram menor D e maior P_t (Tabela 2.8). Por outro lado, os valores de μ_m obtidos a partir da energia de fóton da fonte radioativa de ^{137}Cs praticamente não causaram alteração em D e P_t , em nenhuma das camadas. Isto se deve à fraca

interação dos fótons com o solo no caso dessa energia específica, o que explica as similaridades nos valores de μ_m (PIRES; PEREIRA, 2014; PIRES et al. 2016).

Com base nos resultados apresentados, ressalta-se a necessidade de considerar que o uso de um único valor de coeficiente de atenuação na determinação de D e P_t do solo submetido a diferentes doses de calcário pode resultar em sub ou superestimação destas propriedades físicas, especialmente quando a fonte de energia escolhida é o radioisótopo ^{241}Am . Isso é bastante relevante porque, tradicionalmente na física do solo, μ_m é calculado sem levar em consideração qualquer alteração química à qual o solo tenha sido submetido. Portanto, medidas não representativas de μ_m podem levar a valores tendenciosos de propriedades importantes do ponto de vista da agricultura e do meio ambiente (PIRES; MEDHAT, 2016).

Tabela 2.8 Valores de densidade (D) e porosidade total (P_t) do solo com base nos valores dos coeficientes de atenuação de massa (μ_m) determinados com as energias de fóton das fontes radioativas de ^{241}Am e ^{137}Cs para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) de um Cambissolo Háplico aluminico.

	Camada A			Camada B		
	μ_m ($\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$)	D (g cm^{-3})	P_t ($\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$)	μ_m ($\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$)	D (g cm^{-3})	P_t ($\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$)
^{241}Am						
REF	0,2929	1,190	0,502	0,2953	1,180	0,523
C0	0,2907	1,199	0,498	0,2930	1,189	0,520
C10	0,2944	1,183	0,504	0,2939	1,185	0,521
C15	0,2970	1,173	0,509	0,2916	1,195	0,517
C20	0,3088	1,128	0,526	0,2891	1,205	0,513
^{137}Cs						
REF	0,07668	1,236	0,482	0,07663	1,237	0,500
C0	0,07668	1,236	0,482	0,07666	1,237	0,501
C10	0,07670	1,236	0,482	0,07666	1,237	0,501
C15	0,07671	1,236	0,482	0,07665	1,237	0,500
C20	0,07678	1,235	0,483	0,07666	1,237	0,501

Fonte: Ferreira et al. (2018).

Conclusões

1. Trinta meses após a calagem superficial, ocorreram melhorias substanciais nos atributos químicos do solo na camada superficial, indicando a redução da acidez. A dose intermediária de 15 t ha^{-1} de calcário foi mais eficiente na correção da acidez dentre as avaliadas. No entanto, esse procedimento não foi eficiente para reduzir a acidez do solo em subsuperfície;
2. A calagem promoveu aumento nas propriedades de interação da radiação com o solo (coeficiente de atenuação de massa, seções de choque atômica e eletrônica, número atômico efetivo e densidade eletrônica), para as energias de fóton das fontes

radioativas de ^{241}Am e ^{137}Cs , na camada superficial, mas praticamente não causou alteração na camada subsuperficial;

3. O aumento nas propriedades de interação da radiação com o solo foi mais acentuado quando se utilizou a energia de fóton da fonte radioativa de ^{241}Am em comparação ao ^{137}Cs , devido à maior contribuição do processo de absorção fotoelétrica no primeiro caso;
4. A determinação de propriedades físicas do solo, tais como densidade e porosidade total, foi mais fortemente influenciada pela variação no coeficiente de atenuação de massa calculado para a energia de fóton da fonte radioativa de ^{241}Am do que para o ^{137}Cs .

Referências

AKÇA, B.; ERZENEÖĞLU, S. Z. The Mass Attenuation Coefficients, Electronic, Atomic, and Molecular Cross Sections, Effective Atomic Numbers, and Electron Densities for Compounds of Some Biomedically Important Elements at 59.5 keV. **Science and Technology of Nuclear Installations**, v. 2014, p. 1–8, 2014.

AULER, A. C. **Atributos físico-hídricos de um CAMBISSOLO HÁPLICO Aluminoso em função de modos de aplicação de calcário**. 2014. 63f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.

AULER, A. C. et al. Effects of surface-applied and soil-incorporated lime on some physical attributes of a Dystrudept soil. **Soil Use and Management**, v. 33, n. 1, p. 129–140, 2017.

AULER, A. C.; PIRES, L. F.; CAIRES, E. F. Surface and incorporated liming effects on clay dispersion, water availability, and aeration capacity of a Dystrudept soil. **Bragantia**, v. 76, n. 3, p. 433–446, 2017.

BALDOCK, J. A.; BROOS, K. Soil Organic Matter. In: HUANG, P. M.; LI, Y.; SUMNER, M. E. (Eds.). **Handbook of Soil Sciences Properties and Processes - Part II: Soil Chemistry**. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2011. p. 11.1–11.52.

BALTAŞ, H.; ÇEVİK, U. Determination of the effective atomic numbers and electron densities for YBaCuO superconductor in the range 59.5–136keV. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 266, n. 7, p. 1127–1131, 2008.

BERGER, M. J.; HUBBELL, J. H. **XCOM: Photon Cross Sections on a Personal Computer, NBSIR 87-3597**. National Bureau of Standards (U.S.), 1987.

CAIRES, E. F.; BARTH, G.; GARBUIO, F. J. Lime application in the establishment of a no-till system for grain crop production in Southern Brazil. **Soil and Tillage Research**, v. 89, n. 1, p. 3–12, 2006.

COREY, J. C.; PETERSON, S. F.; WAKAT, M. A. Measurement of Attenuation of ^{137}Cs and

²⁴¹Am Gamma Rays for Soil Density and Water Content Determinations1. **Soil Science Society of America Journal**, v. 35, n. 2, p. 215, 1971.

COSTA, J. C.; BORGES, J. A. R.; PIRES, L. F. Soil bulk density evaluated by gamma-ray attenuation: Analysis of system geometry. **Soil and Tillage Research**, v. 129, p. 23–31, 2013.

DEMIR, D. et al. Determination of photon attenuation coefficient, porosity and field capacity of soil by gamma-ray transmission for 60, 356 and 662keV gamma rays. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 66, n. 12, p. 1834–1837, 2008.

DOS SANTOS, J. A. B. **Qualidade física de um CAMBISSOLO HÁPLICO Alumínico submetido a doses e formas de aplicação de calcário**. 2015. 95 f. Tese (Doutorado em Agronomia) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.

EISBERG, R. Cross Sections for Photon Absorption and Scattering. In: **Quantum Physics of Atoms, Molecules, Solids, Nuclei, and Particles**. 2. ed. New York, NY, USA: John Wiley & Sons, 1985. p. 48–54.

ERNANI, P. R.; RIBEIRO, M. F. S.; BAYER, C. Chemical Modifications Caused by Liming Below the Limed Layer in a Predominantly Variable Charge Acid Soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 35, n. 5–6, p. 889–901, 2004.

FERREIRA, T. R. et al. Surface liming effects on soil radiation attenuation properties. **Journal of Soils and Sediments**, v. 18, n. 4, p. 1641–1653, 2018.

FERREIRA, T. R.; PIRES, L. F. Soil porosity distribution representative elementary area analyzed through gamma-ray computed tomography. **International Agrophysics**, v. 30, n. 4, 2016.

GARRISON, S. **The Chemistry of Soils**. Second ed. New York: Oxford University Press, 2008.

GERWARD, L. et al. WinXCom—a program for calculating X-ray attenuation coefficients. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 71, n. 3–4, p. 653–654, 2004.

HAN, I.; DEMIR, L. Determination of mass attenuation coefficients, effective atomic and electron numbers for Cr, Fe and Ni alloys at different energies. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 267, n. 1, p. 3–8, 2009.

HAYNES, R. J.; NAIDU, R. Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, v. 51, n. 2, p. 123–137, 1998.

HUBBELL, J. H. **Photon Cross Sections, Attenuation Coefficients, and Energy Absorption Coefficients From 10 keV to 100 GeV**, NSRDS-NBS 29, National Bureau of Standards (U.S.), 1969.

HUDNALL, W. H. Classification of Soils: Inceptisols. In: HUANG, P. M.; LI, Y.; SUMNER, M. E. (Eds.). **Handbook of Soil Sciences Properties and Processes - Part V: Pedology**. 2. ed. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2011. p. 63–71.

JENKINS, R.; GOULD, R. W.; GEDCKE, D. The interaction of X-rays with matter. In: **Quantitative X-ray Spectrometry**. 2. ed. New York, NY, USA: Marcel Dekker, Inc., 1995. p. 6–39.

JONES, J. B. J. **Agronomic Handbook: Management of Crops, Soils and Their Fertility**. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2003.

KAPLAN, I. **Nuclear Physics**. 2. ed. Reading, MA, USA: Addison-Wesley Press, 1977.

KUCUK, N.; TUMSAVAS, Z.; CAKIR, M. Determining photon energy absorption parameters for different soil samples. **Journal of radiation research**, v. 54, n. 3, p. 578–86, 2013.

MANOHARA, S. R. et al. The effective atomic number revisited in the light of modern photon-interaction cross-section databases. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 68, n. 4, p. 784–787, 2010.

MANOHARA, S. R.; HANAGODIMATH, S. M. Studies on effective atomic numbers and electron densities of essential amino acids in the energy range 1keV–100GeV. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 258, n. 2, p. 321–328, 2007.

MARASHDEH, M. W. et al. Determining the mass attenuation coefficient, effective atomic number, and electron density of raw wood and binderless particleboards of *Rhizophora* spp. by using Monte Carlo simulation. **Results in Physics**, v. 5, p. 228–234, 2015.

MEDHAT, M. E. Studies on effective atomic numbers and electron densities in different solid state track detectors in the energy range 1keV–100GeV. **Annals of Nuclear Energy**, v. 38, n. 6, p. 1252–1263, 2011.

MEDHAT, M. E.; PIRES, L. F.; ARTHUR, R. C. J. Analysis of photon interaction parameters as function of soil composition. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, v. 300, n. 3, p. 1105–1112, 2014.

MORA, M. L.; SCHNETTLER, B.; DEMANET, R. Effect of liming and gypsum on soil chemistry, yield, and mineral composition of ryegrass grown in an acidic Andisol. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 30, n. 9–10, p. 1251–1266, 1999.

MUDAHAR, G. S.; SAHOTA, H. S. Effective atomic number studies in different soils for total photon interaction in the energy region 10–5000 keV. **International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part A. Applied Radiation and Isotopes**, v. 39, n. 12, p. 1251–1254, 1988.

ÖNDER, P. et al. Studies on mass attenuation coefficient, effective atomic number and electron density of some thermoluminescent dosimetric compounds. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 292, p. 1–10, 2012.

PAVAN, M. A. et al. **Manual de análise química do solo e controle de qualidade**. Londrina, BR: Instituto Agronômico do Paraná (IAPAR), 1992.

PIRES, L. F. et al. Gamma-ray attenuation method as an efficient tool to investigate soil bulk density spatial variability. **Annals of Nuclear Energy**, v. 36, n. 11–12, p. 1734–1739, 2009.

PIRES, L. F. et al. Mineralogical composition of hardsetting soils and its effect on the radiation attenuation characteristics. **Journal of Soils and Sediments**, v. 16, n. 3, p. 1059–1068, 2016.

PIRES, L. F.; BACCHI, O. O. S.; REICHARDT, K. Soil water retention curve determined by gamma-ray beam attenuation. **Soil and Tillage Research**, v. 82, n. 1, p. 89–97, 2005.

PIRES, L. F.; MEDHAT, M. E. Different methods of mass attenuation coefficient evaluation: Influences in the measurement of some soil physical properties. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 111, p. 66–74, 2016.

PIRES, L. F.; PEREIRA, A. B. P. Gamma-ray attenuation to evaluate soil porosity: an analysis of methods. **The Scientific World Journal**, v. 2014, p. 723041, 2014.

PIRES, L. F.; PRANDEL, L. V.; SAAB, S. C. The effect of wetting and drying cycles on soil chemical composition and their impact on bulk density evaluation: An analysis by using XCOM data and gamma-ray computed tomography. **Geoderma**, v. 213, p. 512–520, 2014.

RANGACHARYULU, C. **Physics of nuclear radiations: concepts, techniques and applications**. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2014.

REGINATO, R. J. Gamma Radiation Measurements of Bulk Density Changes in a Soil Pedon Following Irrigation. **Soil Science Society of America Journal**, v. 38, n. 1, p. 24, 1974.

RHEINHEIMER, D. S. et al. Alterações de atributos do solo pela calagem superficial e incorporada a partir de pastagem natural. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 24, n. 4, p. 797–805, 2000.

SANTOS, H. G. et al. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2013. 353p.

UN, A.; SAHIN, Y. Determination of mass attenuation coefficients, effective atomic numbers, effective electron numbers and kermas for Earth and Martian soils. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 288, p. 42–47, 2012.

VAN RAIJ, B. et al. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas, BR: Instituto Agronômico de Campinas, 2001.

3 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X NA ANÁLISE DOS EFEITOS DA CALAGEM SOBRE O SISTEMA POROSO DO SOLO

Resumo

A calagem é um procedimento eficiente de conversão de solos ácidos em solos adequados para a agricultura. Os efeitos da calagem na estrutura do solo tem sido analisados por meio do estudo de propriedades físicas macroscópicas, mas praticamente não existem trabalhos que avaliem as mudanças na estrutura deste meio poroso na microescala. A técnica de microtomografia computadorizada de raios X (μ TC) é útil para obter informações importantes sobre propriedades micromorfológicas e geométricas do solo e, assim, pode viabilizar o entendimento de como a calagem afeta este sistema poroso. Neste estudo, a técnica de μ TC foi usada para avaliar alterações em propriedades micromorfológicas e geométricas (porosidade, número de poros, comprimento, alongamento, formato, conectividade e tortuosidade dos poros) de um solo cultivado sob SPD quando submetido à aplicação de calcário em sua superfície. Uma área de pasto em estado degradado, representando as condições do solo antes da implementação do SPD, também foi considerada. Foram analisadas amostras de duas camadas do solo (0-10 cm, camada A, e 10-20 cm, camada B) com tamanho de voxel de 60 μ m. A visualização, processamento e análise das imagens foram realizadas por meio do software Avizo Fire. A calagem melhorou os atributos químicos do solo somente na camada A, onde o procedimento também produziu efeitos positivos sobre o sistema poroso do solo, no período de trinta meses. A exemplo dos efeitos da calagem, ressalta-se o aumento da porosidade do solo baseada na imagem (P') e do número de poros (NP) em que o poro principal foi separado. Na camada A, esses poros foram identificados como sendo mais alongados e mais conectados para as amostras de solo submetidas à calagem. No entanto, verificou-se que a calagem promoveu alterações no arranjo dos poros separados em ambas as camadas, com a formação de poros cilíndricos na direção horizontal, o que pode ser atribuído ao estímulo da atividade da fauna do solo devido à calagem.

X-RAY MICROTOMOGRAPHY ANALYSIS OF LIME APPLICATION EFFECTS ON SOIL POROUS SYSTEM

Abstract

Soil liming is an efficient procedure to convert acidic soils in ones that are suitable for agriculture. The effects of liming on the soil structure have been analyzed by studying macroscopic physical properties, but studies regarding the evaluation of changes in the structure of such porous media in the microscale are scarce. The X-ray microtomography (μ CT) technique is useful to obtain valuable information about micromorphological and geometrical properties of soil and, thus, can provide important insight into how liming affects such a porous system. In this study, μ CT was used to evaluate changes in micromorphological and geometrical properties (porosity, number of pores, pore length, elongation, shape, connectivity and tortuosity) of a soil cultivated under no-tillage (NTS) when submitted to the application of lime on its surface. A degraded pasture area representing soil conditions before the NTS implementation was also considered. Samples from two soil layers (0-10 cm, A, and 10-20 cm, B) were analyzed with a voxel size of 60 μ m. Image visualization, processing and analysis were performed in the Avizo Fire software. Liming improved the soil chemical attributes only at layer A, where it also produced positive effects on the soil porous system, within a period of thirty months. The increase in image-based soil porosity (P') and number of pores (NP) into

which the main soil pore was separated are highlighted as instances of liming effects. At layer A, those pores were found to be more elongated and more connected for the soil samples submitted to liming. However, it was verified that liming promoted changes in the arrangement of the separated pores, at both soil layers, with the formation of cylindrical pores in the horizontal orientation, which can be attributed to stimulation of the soil fauna activity due to liming.

3.1 INTRODUÇÃO

A calagem é uma prática comumente utilizada para corrigir atributos químicos relacionados à acidez do solo (TURNER, 1929). A aplicação de calcário é também conhecida por promover efeitos secundários no sistema poroso do solo, os quais são refletidos em um maior desenvolvimento de raízes e plantas (HAYNES; NAIDU, 1998). Portanto, uma vez que a calagem pode melhorar as condições de solos ácidos, existe um grande interesse em entender se e de que maneira esta prática pode afetar os processos que ocorrem no interior do solo. Nesse contexto, diversos estudos vêm sendo realizados com foco na investigação de efeitos da calagem sobre propriedades químicas e físicas do solo visando utilizá-las como indicadores de alterações na sua estrutura e de qualidade do solo.

Anikwe; Eze e Ibudialo (2016) e Auler et al. (2017) relataram que a calagem reduziu a densidade do solo e, conseqüentemente, aumentou a sua porosidade total. Este efeito se deve ao fato de que aditivos a base de Ca promovem a floculação das partículas de solo, aumentando o seu espaço poroso. Carneis Filho et al. (2016) mostraram que a calagem superficial reduziu a taxa de resistência à penetração na camada superficial de um solo cultivado sob sistema de plantio direto (SPD) e resultou na formação de bioporos devido à estimulação da atividade biológica. Neste mesmo estudo, os autores demonstraram que a calagem aumentou a estabilidade de agregados até a profundidade de 40 cm, a macroporosidade (poros com diâmetro equivalente $\geq 30 \mu\text{m}$) e a porosidade total até a profundidade de 10 cm. Com base nos resultados mencionados, os autores consideraram a calagem como uma estratégia adequada para melhorar a qualidade da estrutura do solo.

No entanto, estudos baseados em técnicas tradicionais de medidas de propriedades macroscópicas físicas do solo geralmente não fornecem informações detalhadas sobre as possíveis alterações no seu sistema poroso promovidas pela calagem. Dados relacionados ao tipo, número e continuidade dos poros são vitais para o entendimento dos processos de retenção e movimento de água através do perfil do solo e podem ser determinados a partir de análises micromorfológicas.

Inicialmente, os estudos da micromorfologia do solo eram principalmente realizados por meio de imagens microscópicas de lâminas delgadas confeccionadas a partir de amostras

indeformadas de solo (CASTRO et al., 2003). Algumas contribuições científicas inclusive objetivaram explorar técnicas micromorfológicas na detecção de efeitos da calagem sobre a estrutura deste meio poroso. Com esse propósito, Grieve; Davidson e Bruneau (2005) quantificaram o espaço poroso de dois horizontes diferentes de perfis do solo sem e com calcário por meio de análise de imagem de lâminas de solo. Esses autores encontraram que a porcentagem de espaço vazio total era maior para o perfil com calagem. Com o avanço das tecnologias relacionadas à aquisição e processamento de imagens, outras técnicas passaram a ser exploradas para a caracterização micromorfológica do solo.

A microtomografia computadorizada de raios X (μ TC) consolidou-se como uma técnica útil na investigação da estrutura interna do solo (ELLIOT; REYNOLDS; HECK, 2010; LAMANDÉ et al., 2013; NAVEED et al., 2013; PIRES et al., 2017b). Esta técnica fornece radiografias em 2D da distribuição de coeficientes de atenuação linear (μ) da amostra porosa escaneada. A conversão da distribuição dos valores de μ em uma representação razoável do espaço poroso do solo é feita por meio do processo de segmentação (IASSONOV; GEBRENEGUS; TULLER, 2009; SCHLÜTER et al., 2014). Após este procedimento, informações a respeito de propriedades micromorfológicas do solo são obtidas em 2D ou 3D. Propriedades geométricas, como a conectividade e tortuosidade dos poros, que não podem ser verificadas por meio de métodos tradicionais, são também determinadas por meio de imagens 3D.

Imagens tridimensionais com resoluções espaciais variando de 500 μ m a 1 μ m podem ser geradas atualmente por meio da μ TC (WILDENSCHILD et al., 2002). Usualmente, para colunas grandes de solo e, conseqüentemente resoluções menores, é possível identificar macroporos oriundos do desenvolvimento radicular ou da ação de minhocas (bioporos) e até mesmo rachaduras no solo. Por outro lado, altas resoluções espaciais podem ser obtidas para amostras de poucos milímetros cúbicos de tamanho, o que permite a avaliação da porosidade intra-agregados (no interior de agregados) e da região interfacial entre poros e partículas do solo (VAZ et al., 2014). Desta forma, para cada domínio de volumes de poros acessados por uma determinada resolução, torna-se possível uma caracterização detalhada da configuração espacial do sistema poroso do solo.

O estudo apresentado neste capítulo está baseado na hipótese de que a aplicação de calcário na superfície do solo cultivado sob SPD promove efeitos positivos no seu sistema poroso e, conseqüentemente, na sua estrutura. O objetivo foi utilizar a técnica de μ TC para avaliar propriedades micromorfológicas e geométricas do solo, nas camadas de 0-10 cm e 10-

20 cm, tais como: porosidade, número de poros, comprimento, alongamento, formato, conectividade e tortuosidade dos poros.

3.2 MATERIAL E MÉTODOS

3.2.1 Amostragem

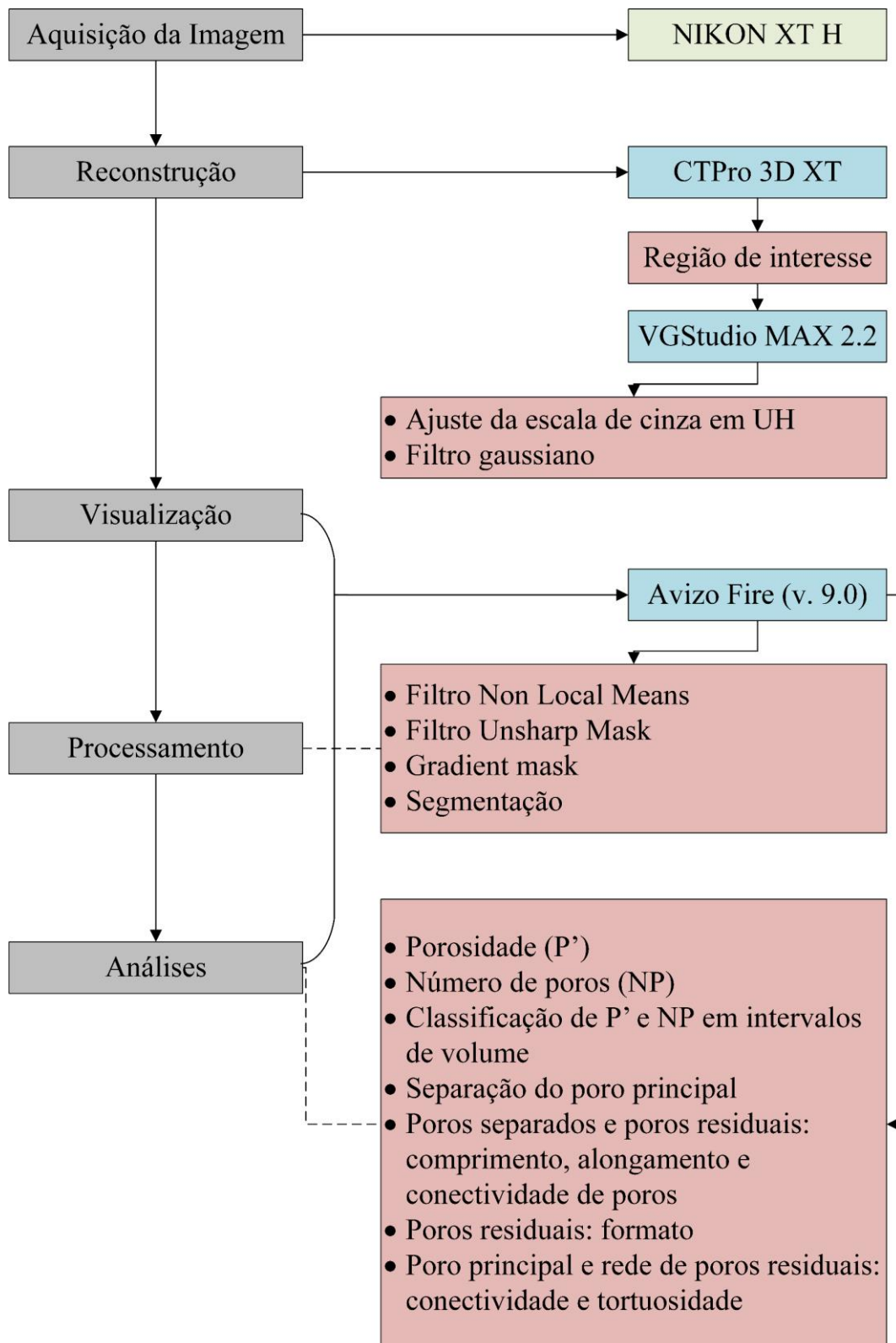
As amostras avaliadas neste capítulo são provenientes do experimento descrito em Ferreira et al. (2018a) (item 2.2.1 deste trabalho) e foram coletadas na mesma ocasião. No entanto, para o presente estudo, somente os tratamentos REF, C0 e C20 foram considerados.

Um total de 18 monólitos de solo (3 amostras $\times$ 3 tratamentos $\times$ 2 camadas) foram coletados manualmente, com aproximadamente 12 $\times$ 12 $\times$ 12 cm, e posteriormente, ajustados às dimensões máximas, no plano horizontal, de 8 $\times$ 8 cm para as medidas de μ TC. Um total de 24 amostras indeformadas (4 amostras $\times$ 3 tratamentos $\times$ 2 camadas) foram coletadas em anéis cilíndricos de aço (50 mm de altura e 48 mm de diâmetro interno), com um amostrador do tipo Uhland, para medidas de retenção de água (RA) no solo.

3.2.2 Imagens microtomográficas

A Figura 3.1 apresenta um diagrama com a sequência dos procedimentos (aquisição, reconstrução, visualização, processamento e análise das imagens) e softwares adotados para o estudo das imagens de μ TC, os quais serão descritos nos subitens 3.2.2.1 – 3.2.2.3.

Figura 3.1 Diagrama esquemático dos procedimentos (à esquerda, cor cinza) e softwares (à direita, cor azul) adotados para o estudo (descrição à direita, cor rosa) das imagens de μ TC. NIKON XT H: equipamento microtomográfico; UH: Unidades Hounsfield.

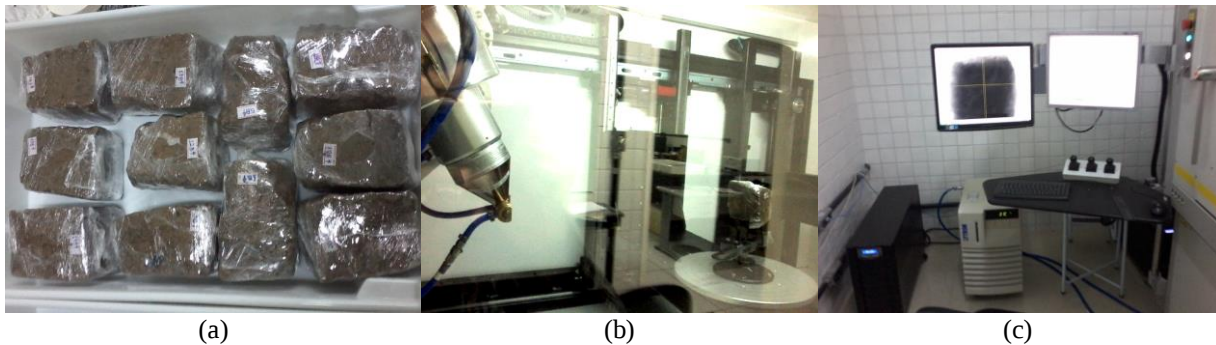


Fonte: A autora.

3.2.2.1 Sistema de μ TC e configurações do escaneamento

Antes do escaneamento, os monólitos (Figura 3.2a) foram secos em estufa de circulação forçada de ar (40 °C). Um microtomógrafo de raios X de terceira geração (modelo NIKON XT H 225 ST), mantido no Departamento de Energia Nuclear da UFPE (Figuras 3.2b e 3.2c), foi usado para escanear os monólitos. A voltagem, corrente e o tempo de integração adotados para o processo de aquisição das imagens foram 150 kV, 226 μ A e 500 ms, respectivamente. Um filtro de Cobre com espessura de 0,5 mm foi utilizado para minimizar os efeitos de endurecimento de feixe (WILDENSCHILD et al., 2002).

Figura 3.2 (a) Visão lateral dos monólitos de solo com dimensão máxima de 8×8 cm para o plano horizontal de escaneamento; (b) sistema microtomográfico: fonte de raios X à esquerda e amostra de solo posicionada à direita; (c) sistema computacional de controle do microtomógrafo.



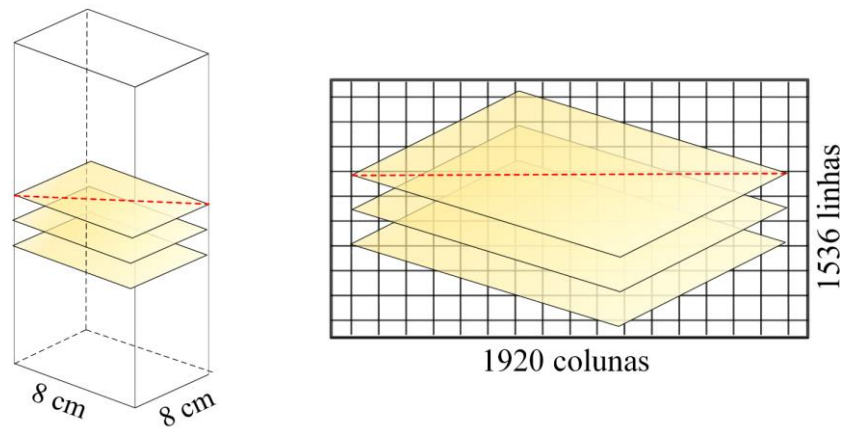
Fonte: A autora.

A avaliação da resolução espacial apropriada para o escaneamento levou em conta a configuração do detector do sistema microtomográfico, o qual possuía 1920 colunas e 1536 linhas. Nesse caso, projeta-se a maior dimensão do plano horizontal da amostra (Equação 3.1; Figura 3.3) sobre a dimensão horizontal do detector, de modo que a resolução é fornecida pela Equação 3.2:

$$diagonal = (8^2 + 8^2)^{1/2} = 11,31 \text{ cm}, \quad (3.1)$$

$$resolução = \frac{113100 \mu m}{1920 \text{ voxels}} \approx 60 \mu m. \quad (3.2)$$

Figura 3.3 Representação esquemática da projeção de planos horizontais das amostras de solo sobre o detector do sistema microtomográfico, composto por 1920 colunas $\times$ 1536 linhas, para determinação da resolução espacial das imagens.



Fonte: A autora.

Sendo assim, as imagens de solo foram geradas com uma resolução espacial de 60 μm (tamanho de voxel: 60 $\times$ 60 $\times$ 60 μm).

3.2.2.2 Etapas de reconstrução e processamento

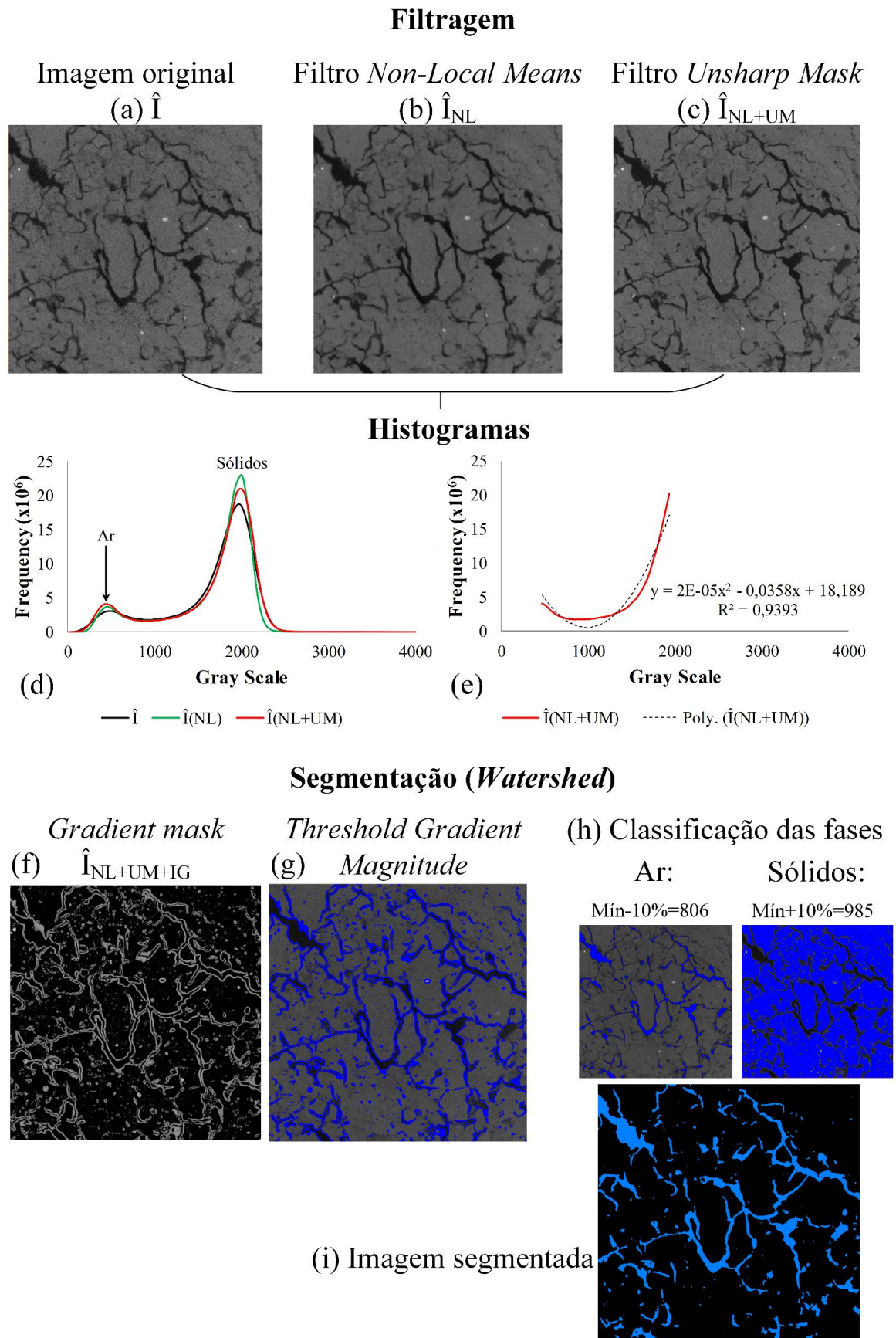
A reconstrução das imagens 3D foi realizada com o software CTPro 3D XT (Nikon Metrology NV). Foram selecionadas regiões de interesse de 667 $\times$ 667 voxels nas direções x e y (plano horizontal da amostra) e 900 voxels na direção z (altura da amostra), equivalente a 40 $\times$ 40 $\times$ 54 mm. O software VGStudio MAX 2.2 (Volume graphics, Heidelberg, Alemanha) foi utilizado para ajustar a escala das imagens em unidades Hounsfield e também para aplicar o filtro Gaussiano.

Todos os procedimentos de visualização, processamento e análise das imagens foram realizados com o software comercial Avizo FireTM, cuja licença pertence à *Oregon State University*, EUA. Os ruídos nas imagens originais ($\hat{I}$) (Figura 3.4a) foram eliminados aplicando-se o filtro *non-local means* ($\hat{I}_{NL}$) (Figura 3.4b) com os parâmetros de ajuste *search window*: 15; *local neighborhood*: 5; *similarity value*: 1 (BUADES; COLL; MOREL, 2005). Os contornos entre as fases (ar e sólidos) foram aprimorados aplicando-se o filtro *unsharp mask* ($\hat{I}_{NL+UM}$) (Figura 3.4c) com os parâmetros de ajuste *edge size*: 5, *edge contrast*: 1 e *brightness threshold*: 0 (SHEPPARD; SOK; AVERDUNK, 2004). O efeito dos filtros mencionados pode ser observado na Figura 3.4d, que mostra os histogramas de escala de cinza das imagens $\hat{I}$, $\hat{I}_{NL}$ e $\hat{I}_{NL+UM}$. Percebe-se que o uso dos filtros proporcionou melhor definição do pico associado ao ar.

Os métodos de segmentação classificados como locais vêm apresentando resultados mais satisfatórios em comparação com técnicas de segmentação que utilizam um valor global de *thresholding* (IASSONOV; GEBRENEGUS; TULLER, 2009; SCHLÜTER et al., 2014). Com o objetivo de aprimorar a segmentação, no presente estudo, o algoritmo *watershed segmentation* foi usado para binarizar as imagens (VINCENT; SOILLE, 1991). Uma função de segundo grau foi ajustada no vale entre os picos correspondentes ao ar e aos sólidos no histograma obtido a partir de $\hat{I}_{NL+UM}$ (Figura 3.4e). O valor mínimo da função de segundo grau foi adotado como o valor aproximado na escala de cinza que separava as duas fases.

O algoritmo *gradient mask*, configurado com desvio padrão de 20%, foi então aplicado à imagem $\hat{I}_{NL+UM}$ resultando em $\hat{I}_{NL+UM+IG}$ (Figura 3.4f) a fim de detectar voxels parciais entre as fases consideradas (SCHLÜTER et al., 2014). Os parâmetros de ajuste para os filtros *non-local means* e *unsharp mask* foram definidos com base na imagem resultante, após a aplicação do algoritmo *gradiente mask*. Especificamente, um valor baixo para *search window* resulta em contornos mais grosseiros entre as fases enquanto que um valor alto resulta em uma imagem borrada.

Figura 3.4 Esquema de processamento das imagens: filtragem, obtenção dos histogramas e segmentação.



O algoritmo *watershed segmentation* usa como dado de entrada a imagem $\hat{I}_{NL+UM+IG}$. Ajustando-se o parâmetro *Threshold Gradient Magnitude* (Figura 3.4g) é possível selecionar as regiões de classificação mais complexa, que circundam as fases, para que sejam automaticamente analisadas pelo algoritmo. Uma pré-classificação das fases ar e sólidos pode então ser realizada e, nesse caso, a fase correspondente ao ar foi classificada entre o primeiro valor do histograma até o valor equivalente a mín - 10% e a fase sólida entre mín + 10% até o último valor do histograma (Figura 3.4h). O intervalo de valores na escala de cinza contidos no intervalo entre mín - 10% e mín + 10% foi então processado pelo próprio algoritmo, a fim de delimitar acuradamente as fases.

3.2.2.3 Análises

A porosidade do solo baseada na imagem (P') foi calculada de acordo com a Equação 3.3 (DANE; HOPMANS, 2002):

$$P'(\%) = \frac{V_p}{V_t} 100, \quad (3.3)$$

em que V_p representa o volume de poros detectados com a resolução de 60 μm (*i.e.*, poros com diâmetro equivalente $\geq 60 \mu\text{m}$) e V_t representa o volume total da amostra. V_p e V_t foram obtidos utilizando-se o módulo *Volume Fraction*.

As amostras coletadas em cilindros de aço foram utilizadas para determinar a porosidade relacionada a poros com diâmetro equivalente $\geq 60 \mu\text{m}$ (também representada por P') via dados de RA. Nesse caso, P' foi determinada de acordo com a Equação 3.4 (PIRES et al., 2017a):

$$P'(\%) = \theta_s - \theta_{h50} \quad (3.4)$$

em que θ_s é o conteúdo volumétrico de água na saturação do solo (equivalente à porosidade total) e θ_{h50} é o conteúdo volumétrico de água no potencial matricial (h) de -50 cm H_2O . Este valor de h está associado a poros com diâmetro equivalente de $\approx 60 \mu\text{m}$ (KLUTE, 1986; LAL; SHUKLA, 2004), permitindo assim a comparação dos valores de P' obtidos via μTC e RA.

O número de poros (NP), entendido como o número total de poros não conectados entre si, e o volume de cada poro isolado foram obtidos utilizando-se um algoritmo classificativo pertencente ao módulo *Label Analysis*. Para isso, poros isolados com dimensões de 1-8 voxels (volume limite de poros: 0,002 mm^3) foram removidos na análise quantitativa das imagens. Isto foi feito porque, no caso de voxels isolados ou pequenos grupos de voxels, torna-se difícil distinguir se os mesmos representam de fato o sistema poroso, isto é, se possuem significado físico, ou se são provenientes de artefatos gerados pelo processo de segmentação

(PETH et al., 2008; KATUWAL et al., 2017). Os valores de P' e NP foram, então, comparados entre os tratamentos e camadas. Posteriormente, P' e NP foram classificados em diferentes intervalos de volume: 0,001-0,01; 0,01-0,1; 0,1-1; 1-10; 10-100 e $>100 \text{ mm}^3$.

Sistemas porosos como o solo são geralmente constituídos de um único poro dominante (poro principal), ou alguns poros principais em alguns casos, que estão distribuídos ao longo de toda a amostra em conjunto com um grande número de poros pequenos desconectados (poros residuais) (SCHMITT et al. 2016; PASSONI et al., 2015; PIRES et al., 2017b; REZANEZHAD et al., 2009). Enquanto os poros principais são formados por macroporos criados por raízes, fauna do solo, entre outros agentes, os poros residuais podem ser associados a poros muito menores classificados como inter-estruturais e matriciais (ou texturais). Poros inter-estruturais são formados entre unidades estruturais (agregados do solo), enquanto poros matriciais são formados pelo empacotamento das partículas primárias do solo (areia, silte e argila) (LAL; SHUKLA, 2004). Por esta razão, o poro principal e os poros residuais foram estudados de maneira independente.

Quando o poro principal é avaliado como um único poro, a caracterização dos detalhes da sua geometria complexa se torna limitada. Por esse motivo, o módulo *Separate Objects*, baseado em um algoritmo do tipo *watershed*, foi aplicado na imagem segmentada contendo apenas o poro principal para separá-lo em poros individuais. De acordo com Schmitt et al. (2016), esse algoritmo detecta superfícies e separa aglomerados de partículas (voxels), preservando o volume original, na imagem 3D segmentada.

Para a separação do poro principal, foi necessário ajustar o parâmetro *separation extent*. Esse parâmetro é responsável pelo nível de separação promovido, no sentido de que quanto menor é o seu valor, maior é o grau de separação da unidade em estudo (nesse caso, o poro principal) (FEI, 2015). O parâmetro *marker extent* foi definido com a finalidade de que algumas partes do poro principal fossem mantidas, tomando-se por exemplo poros de formato cilíndrico como referência (as Figuras 3.10a e 3.10b, p. 70, podem ser consultadas para melhor entendimento). Assim, o valor 7, para o parâmetro *marker extent*, se mostrou mais adequado para separar o poro principal sem alterar a sua morfologia original. Um valor mais baixo desse parâmetro fazia com que o poro principal fosse demasiadamente separado, quebrando por exemplo poros cilíndricos em duas ou mais partes, enquanto que um valor mais alto agrupava diversos poros cilíndricos em um único poro.

O volume médio associado ao poro principal (VP_p) e o número médio de poros resultante de sua separação (NP_s) foram comparados entre os tratamentos e entre as camadas. Os poros separados também foram avaliados em termos do comprimento, alongamento e

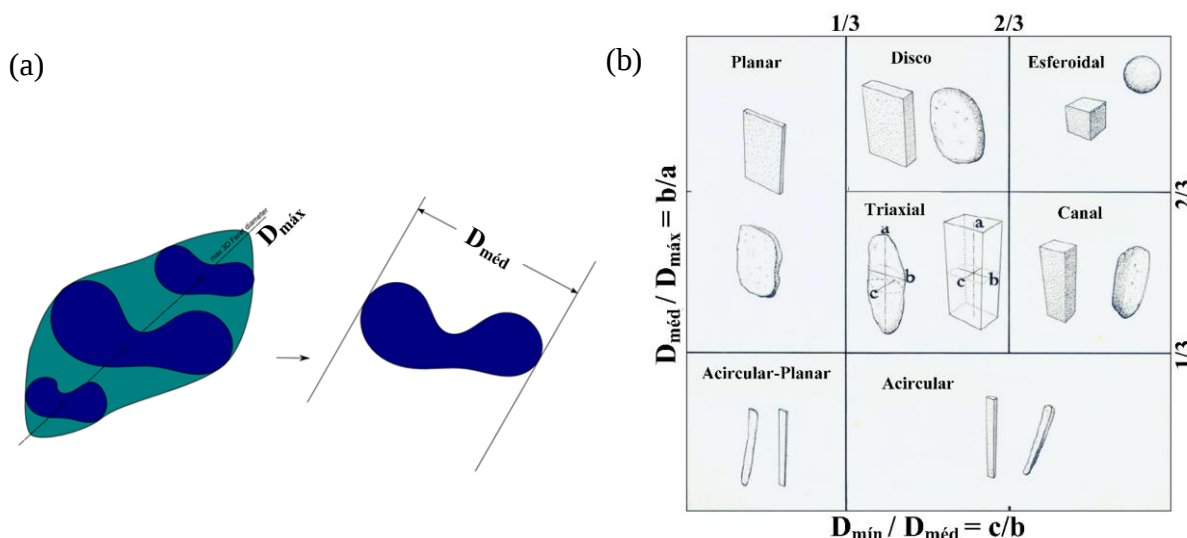
número de Euler médios utilizando-se um algoritmo classificativo pertencente ao módulo *Label analysis*.

É importante enfatizar que o alongamento é um parâmetro de forma, adimensional, dado pela razão entre a espessura e o comprimento do poro (Schmitt et al., 2016). No software Avizo, o alongamento é determinado pela razão entre os autovalores intermediário e máximo da matriz de covariância associada a cada um dos poros identificados, sendo que valores baixos próximos de zero representam poros mais alongados (MERLE et al., 2016). O número de Euler é um indicador adimensional de como um poro está conectado a outros poros: quanto menor (mais negativo) é o número de Euler, melhor é a conectividade entre os poros (BRABANT et al., 2011; WILDENSCHILD; SHEPPARD, 2013).

Os poros residuais também foram avaliados em termos de comprimento, alongamento e número de Euler. Complementarmente, o volume de poros residuais (VP_R) e o número de poros residuais (NP_R) foram classificados quanto ao formato. Para esta classificação, foram determinadas características geométricas dos poros conhecidas como diâmetros de Feret, a partir da aplicação do módulo *Label Analysis*, sendo elas: $D_{máx}$, a maior dimensão do poro; $D_{mín}$, a menor dimensão do poro e $D_{méd}$, a maior distância entre duas linhas paralelas que tocam o poro sem interceptá-lo e que pertencem ao plano ortogonal a $D_{máx}$ (Figura 3.5a) (FEI, 2015; SCHMITT et al., 2016). No software Avizo, $D_{máx}$, $D_{mín}$ e $D_{méd}$ são denominados *Length 3D*, *Width 3D* e *Breadth 3D*. Os diâmetros de Feret foram então utilizados para classificar os poros residuais de acordo com a terminologia proposta por Bullock et al. (1985): esferoidal, canal, disco, triaxial, planar, acircular e acircular-planar (Figura 3.5b).

Para as análises micromorfológicas e geométricas dos poros residuais (comprimento, alongamento, número de Euler e formato), somente poros maiores que 501 voxels foram considerados, os quais correspondem ao volume limite de $0,1 \text{ mm}^3$. Isto foi feito a fim de eliminar uma grande quantidade de poros muito pequenos que não contribuiriam de forma expressiva para a análise e acarretariam em enorme carga computacional. Conforme proposto por Rezanezhad et al. (2009), quando um poro dominante está ativo (muito maior do que os demais), a contribuição de poros pequenos pode ser desconsiderada.

Figura 3.5 (a) Representação dos diâmetros $D_{\text{máx}}$ e $D_{\text{méd}}$ de Feret; (b) Formato de um objeto a partir de seus diâmetros de Feret: a é equivalente a $D_{\text{máx}}$, b é equivalente a $D_{\text{méd}}$ e c é equivalente a $D_{\text{mín}}$.



Fonte: (a) Adaptado de FEI (2015); (b) Adaptado de Bullock et al. (1985) e Borges (2015).

O número de Euler foi ainda utilizado para avaliar a conectividade do poro principal, sem separação, e da rede de poros formada pelos poros residuais. Para isso, o módulo *Euler 3D* foi aplicado diretamente na imagem segmentada contendo somente o poro principal e, depois, na imagem segmentada contendo somente a rede de poros residuais. Esses domínios de poros foram também caracterizados em termos da tortuosidade, aplicando-se o módulo *Centroid Path Tortuosity* nas respectivas imagens segmentadas. Vale ressaltar que a conectividade e a tortuosidade consistem em propriedades geométricas adimensionais dos poros. Fundamentos teóricos a respeito de medidas do número de Euler e da tortuosidade podem ser encontrados em Alam e Takhar (2016), Brabant et al. (2011), Chen et al. (2015), Kaczmarek et al. (2017), Wildenschild e Sheppard (2013), Vogel; Weller e Schlüter (2010) e Lehmann et al. (2006).

Todas as análises de μTC tiveram como foco a detecção de alterações entre REF e C0 (devido ao estabelecimento do SPD) e entre C0 e C20 (devido à calagem), considerando as duas camadas estudadas. Por esta razão, nos casos em que houve sobreposição parcial ou nenhuma sobreposição da margem de erro ao nível de 95% de confiança entre: REF e C0 ou C0 e C20, para cada camada; ou separadamente para cada tratamento entre camada A e camada B, aplicou-se o teste t de Student unicaudal para estimar possíveis efeitos e, nessas situações, o p -valor (probabilidade de significância) será apresentado. Não se estabeleceu um p -valor crítico porque este estudo pretende identificar uma tendência de efeitos da calagem e não exatamente diferenças absolutas. Isto se baseia no fato de que a dinâmica da correção da acidez do solo depende não somente da dose de calcário aplicada, mas também e, principalmente, do tempo de reação do corretivo no solo (SPARKS, 2003).

3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

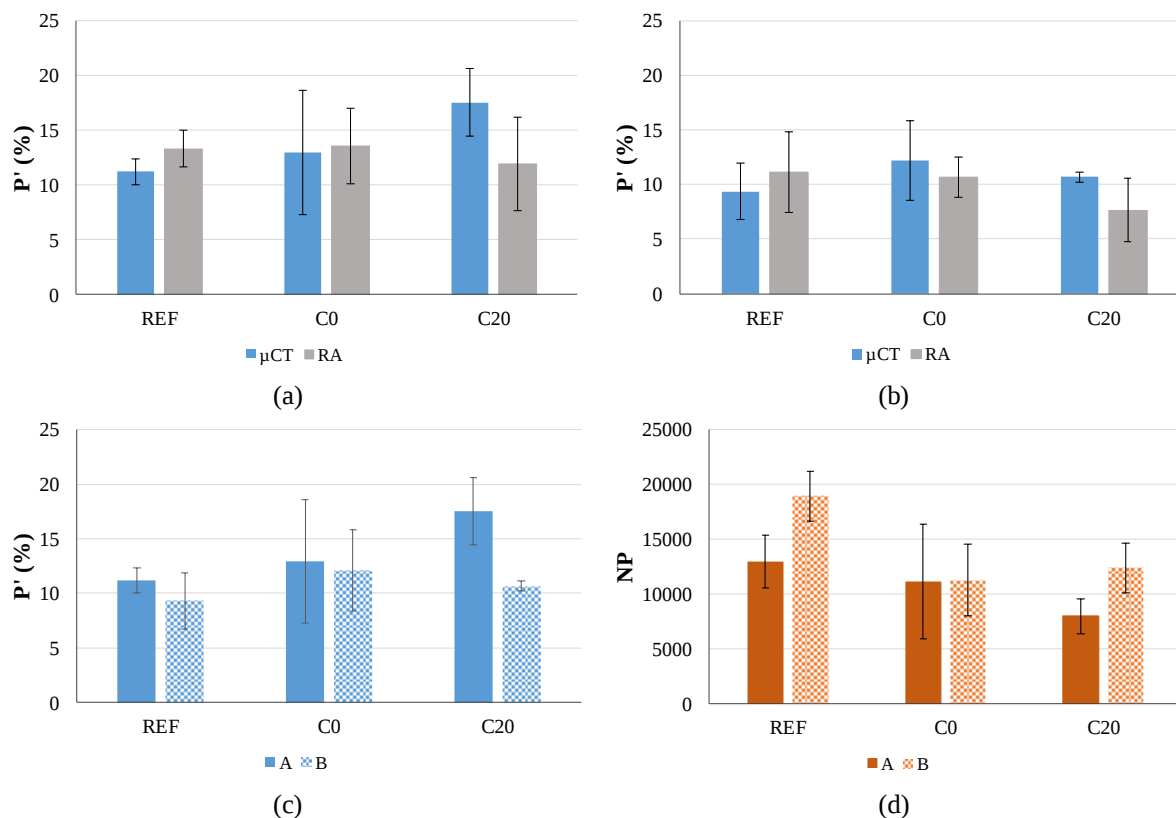
3.3.1 Comparação entre técnicas

As Figuras 3.6a e 3.6b mostram que houve concordância entre os valores de P' obtidos a partir das técnicas de μ TC e RA. Esta concordância tem sido relatada em diversos estudos a fim de demonstrar a viabilidade da técnica de μ TC quando comparada ao método tradicional de determinação da P' (PIRES et al., 2010; RAB et al., 2014; RACHMAN; ANDERSON; GANTZER, 2005). No entanto, a tendência apresentada pelas duas técnicas não é exatamente a mesma. Ambas as técnicas indicam que não houve alteração em P' de REF para C0 na camada A (Figura 3.6a), porém, na camada B, a μ TC forneceu um valor maior de P' para C0 em comparação com REF (p -valor=0,14), o que não ocorreu para as medidas de RA (Figura 3.6b). De acordo com os resultados para μ TC, a calagem promoveu aumento de P' na camada A (p -valor=0,12), o que também não foi observado para as medidas de RA (Figura 3.6a).

De acordo com Naveed et al. (2014), a calagem está associada a um processo de floculação que promove a ligação entre partículas de argila ao redor das partículas de calcário, resultando em maiores agregados de solo e, conseqüentemente, rearranjando o sistema poroso do solo. Essa hipótese foi empregada pelos autores para explicar a maior porosidade determinada para agregados provenientes de um solo com calcário, usado para cultivar grãos continuamente, em relação a agregados de dois outros solos sem calcário, um deles cultivado com plantas forrageiras e outro com rodízio de culturas.

As diferentes tendências observadas entre os valores de P' para μ TC e medidas de RA provavelmente se devem ao fato de que estas técnicas são diferentes. As medidas de RA são passíveis de erros na avaliação do instante em que ocorre o equilíbrio termodinâmico, o que pode acarretar em valores não representativos da água retida no solo em um determinado potencial matricial. Além disso, a aplicação de ciclos de umedecimento e secamento também podem afetar a estrutura do solo (PIRES; BACCHI; REICHARDT, 2005). Por outro lado, no caso da μ TC, somente poros com diâmetros maiores do que a resolução espacial da imagem (60 μ m no presente estudo) são analisados. Procedimentos não representativos de segmentação das imagens também podem levar a medidas subestimadas ou superestimadas de propriedades físicas do solo. Ainda, os procedimentos de preparação das amostras podem ocasionar danos na estrutura do solo em ambas as metodologias.

Figura 3.6 Porosidade (P') do solo determinada via μ TC, a partir de imagens com resolução espacial de 60 μ m, e por meio de dados de retenção de água (RA) no solo, para o potencial matricial de -50 cm H_2O , na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm). (c) P' e (d) número de poros (NP) determinados via μ TC para as camadas A e B, considerando volumes de poro maiores do que 0,002 mm³. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: Ferreira et al. (2018b).

3.3.2 Domínio total de poros analisado em termos de P' e NP

As Figuras 3.6c e 3.6d trazem os valores de P' e NP para um volume limite de 0,002 mm³ para ambas as camadas. A remoção dos volumes de poros menores do que 9 voxels nas imagens segmentadas de μ TC não alteraram os valores de P' (Figuras 3.6a-c)

Em solos sob SPD, relata-se redução na P' e NP, em função a profundidade do solo, devido ao acúmulo de matéria orgânica e maior atividade de raízes na camada mais superficial (Cercioglu et al., 2018). No presente estudo, apesar do valor significativamente mais alto de CO na camada A em comparação com a camada B (Tabela 2.3), os valores de P' e NP são equivalentes nas duas camadas para C0 (Figura 3.6c e 3.6d), o qual possui somente o efeito do SPD. Por sua vez, Pires et al. (2017b) encontraram maior P' , porém menor NP, na camada superficial (0-10 cm) em comparação com a camada subsuperficial (10-20 cm) para um Latossolo Vermelho sob SPD.

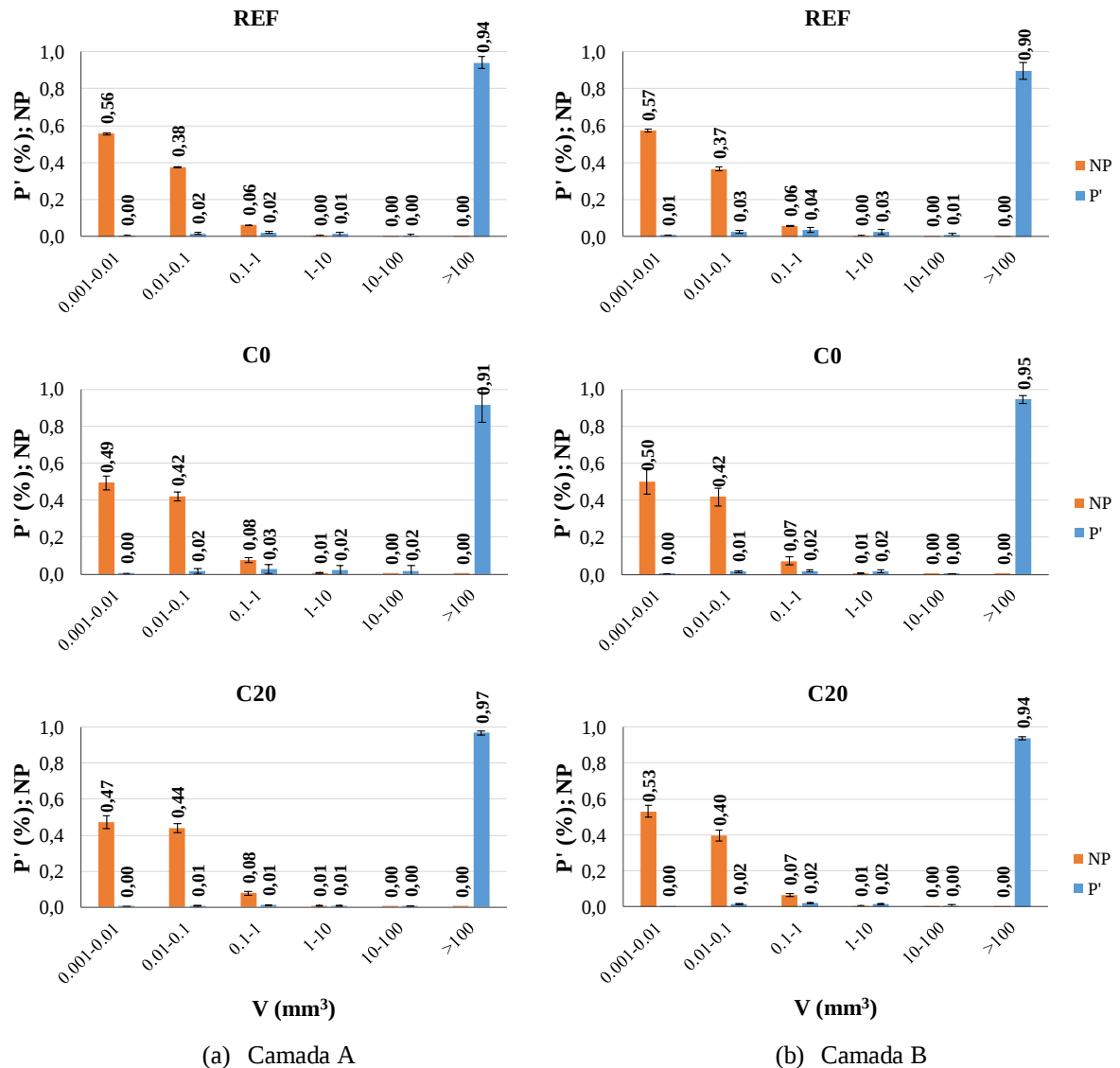
Observa-se nas Figuras 3.6c e 3.6d que, com a calagem (C20), P' se tornou maior (p -valor $<0,01$) e NP se tornou menor (p -valor $=0,02$) na camada A em relação à camada B. Assim, com a calagem, a camada superficial se tornou mais porosa, com menos poros isolados, em comparação com a camada subsuperficial. Apesar de P' e NP não serem estritamente condicionados entre si, conforme relatado por Pires et al. (2017), os resultados contrastantes mencionados entre camadas para C20, considerando P' e NP, sugerem a presença de poros mais conectados na camada A. Entre tratamentos, o único efeito observado em NP foi um decréscimo no seu valor de REF para C0 na camada B (p -valor $<0,01$) (Figura 3.6d).

3.3.3 Poro principal e poros residuais

Considerando a Figura 3.7, nota-se que o sistema poroso do solo consiste basicamente de um poro principal conectado, ao qual se atribui, em todos os casos, mais de 90% de P' , e uma grande quantidade de poros residuais desconectados que contribuem de maneira limitada à P' . De acordo com Bullock e Thomasson (1979), esse tipo de distribuição de poros é típica de solos com estrutura fortemente desenvolvida, enquanto que uma distribuição homogênea de macroporos entre classes de tamanhos é típica de solos cuja estrutura é fracamente desenvolvida.

Não foram observadas diferenças relevantes no que diz respeito à distribuição de P' e NP para o poro principal e poros residuais (Figura 3.7). Isso indica que, dada a resolução aqui empregada, a transição do solo de pasto para SPD (REF para C0) e a calagem (C0 para C20) não promoveram alterações na contribuição de diferentes classes de volume de poros para P' e NP.

Figura 3.7 Distribuição normalizada da porosidade (P') e número de poros (NP) em função de intervalos de volume para a (a) camada A (0-10 cm) e para a (b) camada B (10-20 cm), considerando volumes de poros maiores que $0,002 \text{ mm}^3$. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições



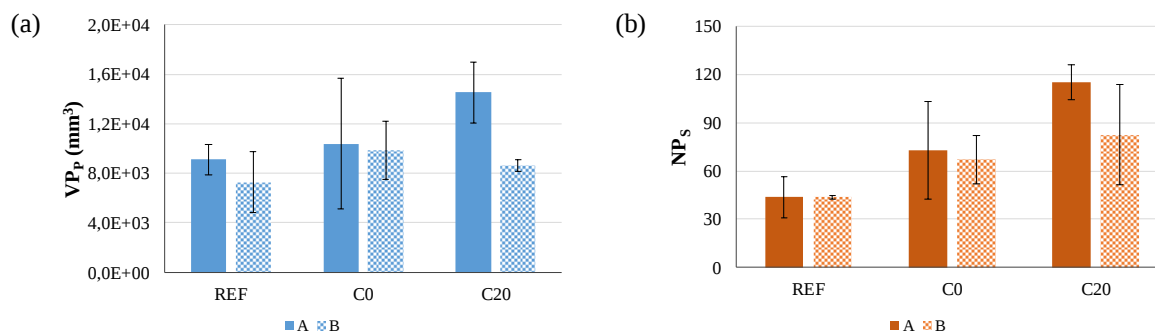
Fonte: Ferreira et al. (2018b).

3.3.4 Separação e caracterização do poro principal

3.3.4.1 Volume do poro principal (VP_P) e número de poros resultante da separação do poro principal (NP_S)

A Figura 3.8a traz que os valores de VP_P variam exatamente da mesma maneira que P' na Figura 3.6c, para ambas as camadas. Esta concordância se deve ao fato de que a porosidade é totalmente influenciada pelo poro principal ($>100 \mu\text{m}^3$) (Figura 3.7) e, por esse motivo, a exclusão dos poros residuais não afetou a tendência entre tratamentos. Por outro lado, o NP_S representa um novo tipo de informação.

Figura 3.8 (a) Volume do poro principal (VP_p) e (b) número de poros resultante da separação do poro principal (NP_s), para as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm). Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições



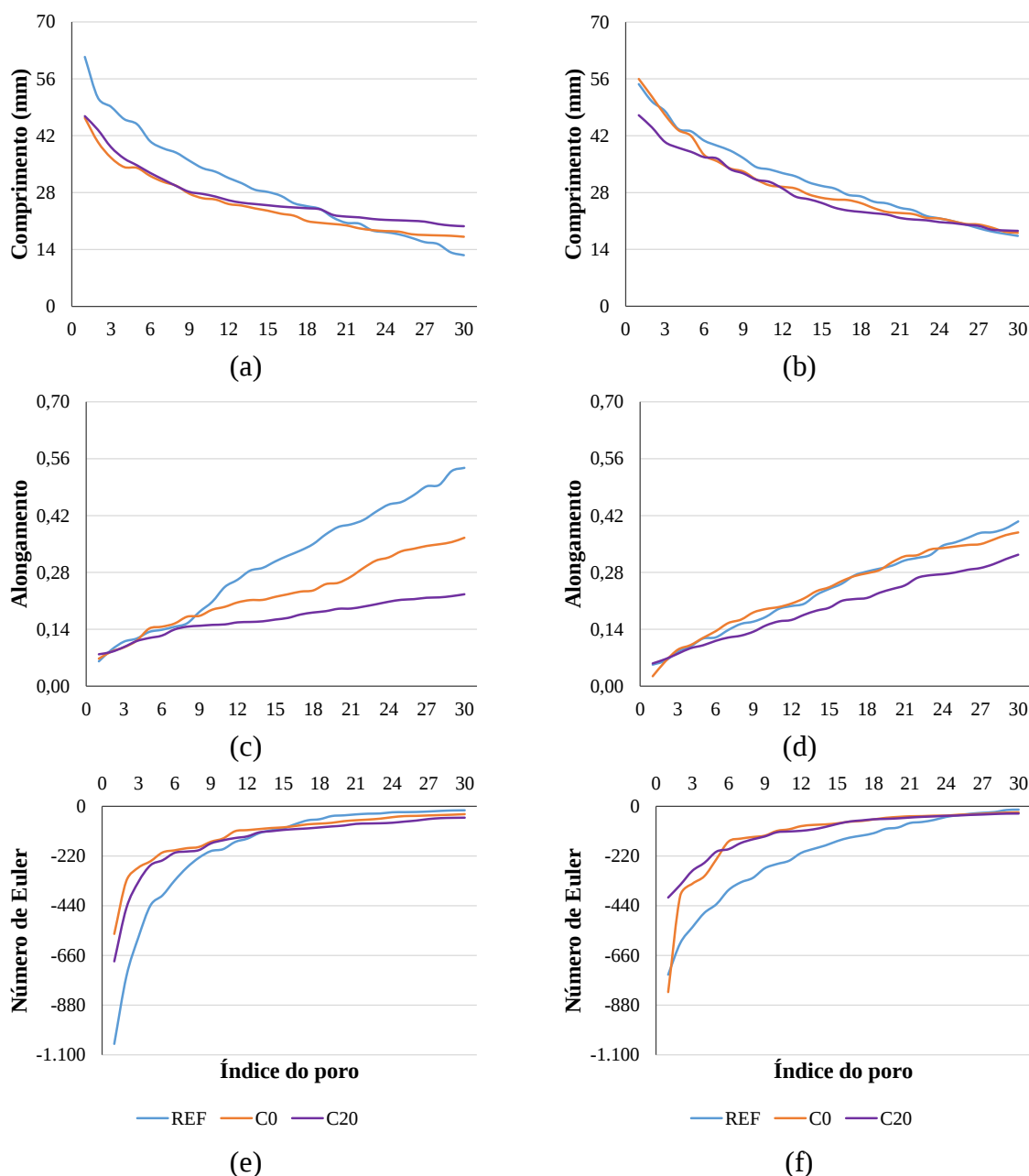
Fonte: Ferreira et al. (2018b).

Com relação ao efeito isolado da implementação do SPD, observou-se um aumento em NP_s nas camadas A (p -valor=0,08) e B (p -valor=0,02) (Figura 3.8b). A partir da mesma figura, nota-se que o NP_s é significativamente maior para C20 em relação a C0 na camada A (p -valor=0,03). Isto significa que, nas amostras com calagem, um número maior de macroporos individuais constituem a estrutura do poro principal. Na camada B, C20 é comparável a C0 em termos de NP_s . Um maior número de macroporos ($>1000 \mu m$ em termos de diâmetro) promove maiores taxas de transmissão de água, quando os poros estão preenchidos com água, ou maiores taxas de transmissão de gás, quando os poros estão preenchidos com ar (KIM et al., 2010). No entanto, considerando que a separação do poro principal foi feita computacionalmente, nada se pode afirmar quanto à relevância física de diferentes valores de NP_s .

3.3.4.2 Comprimento, alongamento e número de Euler para os poros separados

A Figura 3.9 apresenta os valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para 30 poros resultantes da separação do poro principal, sendo esses os mais longos (Figura 3.9a,b), mais alongados (Figura 3.9c,d) e que apresentavam maior número de Euler (Figura 3.9e,f) para cada tratamento e camada do solo. A seleção desses 30 poros foi feita porque o número de poros resultante da separação foi diferente entre as amostras, como pode ser visto na Figura 3.8b. Assim, foi necessário determinar o número comum de poros que poderia ser avaliado simultaneamente para todas as amostras. Na Figura 3.9, os poros foram organizados do mais longo para o mais curto, do mais alongado para o menos alongado e do menor para o maior número de Euler. Por esse motivo, é importante considerar que a ordem dos poros apresentada para o comprimento, alongamento e número de Euler não é necessariamente a mesma.

Figura 3.9 Valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para os 30 primeiros poros (índice do poro: 1 a 30) resultantes da separação do poro principal na (a,c,e) camada A (0-10 cm) e na (b,d,f) camada B (10-20 cm). Os poros foram organizados do (a,b) mais longo para mais curto, (c,d) mais alongado para o menos alongado e (e,f) menor para maior número de Euler (mais para menos conectado).

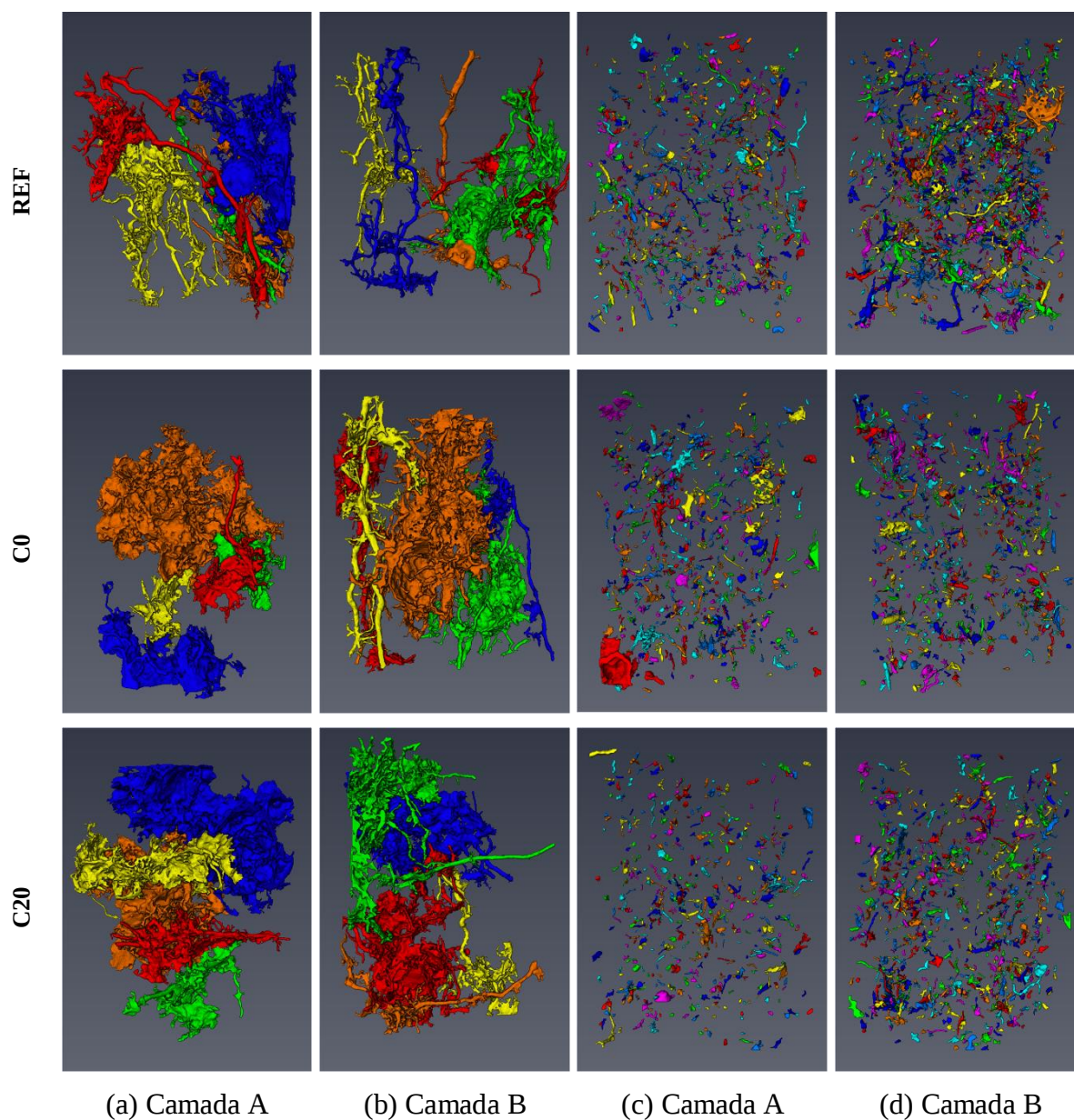


Fonte: Ferreira et al. (2018b).

Na camada A (Figura 3.9a), observou-se uma diferença importante entre REF e C0: REF apresentou poros consideravelmente mais longos desde o 1º até aproximadamente o 23º poro, com comportamento inverso a partir daí. Os tratamentos C0 e C20 apresentaram poros de comprimento similar. Esses resultados mostram que o comprimento médio dos poros diminuiu com a implementação do SPD e praticamente não foi alterado com a calagem na área sob SPD.

As imagens de μ TC na Figura 3.10 foram geradas com o objetivo de complementar os gráficos descritos.

Figura 3.10 Imagens 3D de μ TC representando os cinco primeiros poros mais longos, resultantes da separação do poro principal, para uma amostra de cada tratamento na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm), em que a sequência de cores: alaranjado, azul, vermelho, verde e amarelo retrata os poros do mais longo para o mais curto. Imagens 3D de μ TC representando os poros residuais maiores que $0,1 \text{ mm}^3$, na (c) camada A e na (d) camada B, para as mesmas amostras de cada tratamento.



Fonte: Ferreira et al. (2018b).

Apesar de a calagem não ter promovido aumento no comprimento de poros, a Figura 3.10a mostra que houve alteração na configuração espacial de poros, tornando possível a identificação de um padrão de formação de poros para os diferentes tratamentos. Uma vez que as imagens representam as amostras na posição vertical, nota-se claramente que enquanto REF

apresentou poros mais finos e longos, espalhando-se preferencialmente ao longo da profundidade da amostra, sendo típico de raízes de gramíneas (HINO; FUJITA; SHUTTO, 1987), C0 apresentou aglomerados de poros sem direção preferencial. Por sua vez, C20 apresentou alguns poros de formato cilíndrico orientados horizontalmente, que não foram observados para REF e C0.

A adição de calcário é conhecida por estimular a atividade e variedade de espécies de minhocas no solo (SYERS; SPRINGETT, 1984). Nesse contexto, as minhocas tendem a deixar caminhos sinuosos (bioporos) que se configuram tanto horizontalmente quanto verticalmente (NIEBER; WARNER, 1991). O aumento da atividade de minhocas causado pela calagem constitui então uma hipótese razoável para explicar a existência de poros orientados horizontalmente em amostras provenientes de C20 (Figura 3.10a). De fato, Joschko et al. (1991), utilizando imagens de μ TC, relataram a formação de poros horizontais em colunas de solo de 30 cm devido à atividade de minhocas.

Segundo Sasal; Andriulo e Taboada (2006), uma orientação preferencial de poros pode influenciar consideravelmente os dados de retenção de água uma vez que a continuidade dos poros ao longo da profundidade da amostra pode favorecer a sucção de água na mesa de tensão. Portanto, a formação de poros horizontais favorecida nas amostras provenientes do solo com calagem (C20) (Figura 3.10a) ajuda a explicar a diferença pronunciada, no caso de C20, entre os valores de P' obtidos via μ TC e medidas de RA na camada A (Figura 3.6a).

A diferença no comprimento de poros entre REF e C0 foi menos expressiva na camada B (Figura 3.9b) em comparação à camada A (Figura 3.9a). C0 e C20, por sua vez, apresentaram comprimento de poros similar, como observado na camada A. É interessante notar que, na camada B, REF e C0 apresentaram poros principalmente orientados verticalmente (Figura 3.10b), com maiores aglomerados de poros para C0. Isto implica que o impacto da conversão da área para SPD, em termos do padrão de formação de poros, foi menos acentuado na camada subsuperficial do que na camada superficial. Por outro lado, C20 exibiu aglomerados de poros ao invés de poros predominantemente orientados na vertical e também poros orientados horizontalmente.

Considerando as características observadas nas imagens de μ TC, entende-se que, ainda que a calagem não tenha alterado significativamente os atributos químicos do solo na camada B (Tabela 2.3), o padrão de formação de poros foi afetado nesta profundidade. Conforme a hipótese proposta por Ernani; Ribeiro e Bayer (2004), é possível que as raízes na camada superficial do solo com calagem (C20) tenham superado as limitações de acidez em seus arredores. Com o estímulo da atividade de minhocas causado pela calagem na camada

superficial, as mesmas podem ter migrado para a subsuperfície do solo, possibilitando novas configurações de poros. De forma complementar, sabe-se que as raízes tendem a seguir os caminhos/poros criados por minhocas no solo (LOGSDON; LINDEN, 1992; SPRINGETT; GRAY, 1997). No entanto, estudos mais específicos a respeito das hipóteses aqui sugeridas (estímulo do desenvolvimento de raízes e da atividade de minhocas, devido à calagem, como fatores responsáveis pela formação de poros orientados horizontalmente, em ambas as camadas do solo) são necessários para investigar se, e de que maneira, o padrão de formação de poros é afetado pela calagem.

A fim de interpretar as Figuras 3.9c e 3.9d, é válido enfatizar que os valores de alongamento que se aproximam de 0 representam poros mais alongados. A Figura 3.9c mostra que, na camada A, todos os tratamentos apresentaram medidas de alongamento similares para os primeiros nove poros mais alongados. Depois deste ponto, C20 apresentou poros mais alongados que C0, que por sua vez apresentou poros mais alongados que REF. Na camada B (Figura 3.9d), observou-se uma tendência similar àquela apresentada para a camada A, porém com menor variação entre C20 e C0 e variação praticamente desprezível entre C0 e REF. A partir desses resultados, verificou-se que a calagem está associada com um aumento no alongamento dos poros individuais que constituem o poro principal.

Com relação à conectividade, na camada A (Figura 3.9e), C20 apresentou números de Euler mais negativos em comparação com C0 para os cinco primeiros poros (índice do poro de 1 a 5), o que significa que eles são mais conectados. No entanto, entre todos os tratamentos, REF apresentou poros mais conectados ao menos até o 11º poro, com similar tendência na camada B (Figura 3.9f). Isso está em acordo com o que se observou nas imagens de μ TC, nas quais o tratamento REF apresentou poros que percolam a amostra, nas duas camadas (Figuras 3.10a e 3.10b). Entretanto, na camada B (Figura 3.9f), C20 foi caracterizado por poros menos conectados do que C0, para os primeiros cinco poros.

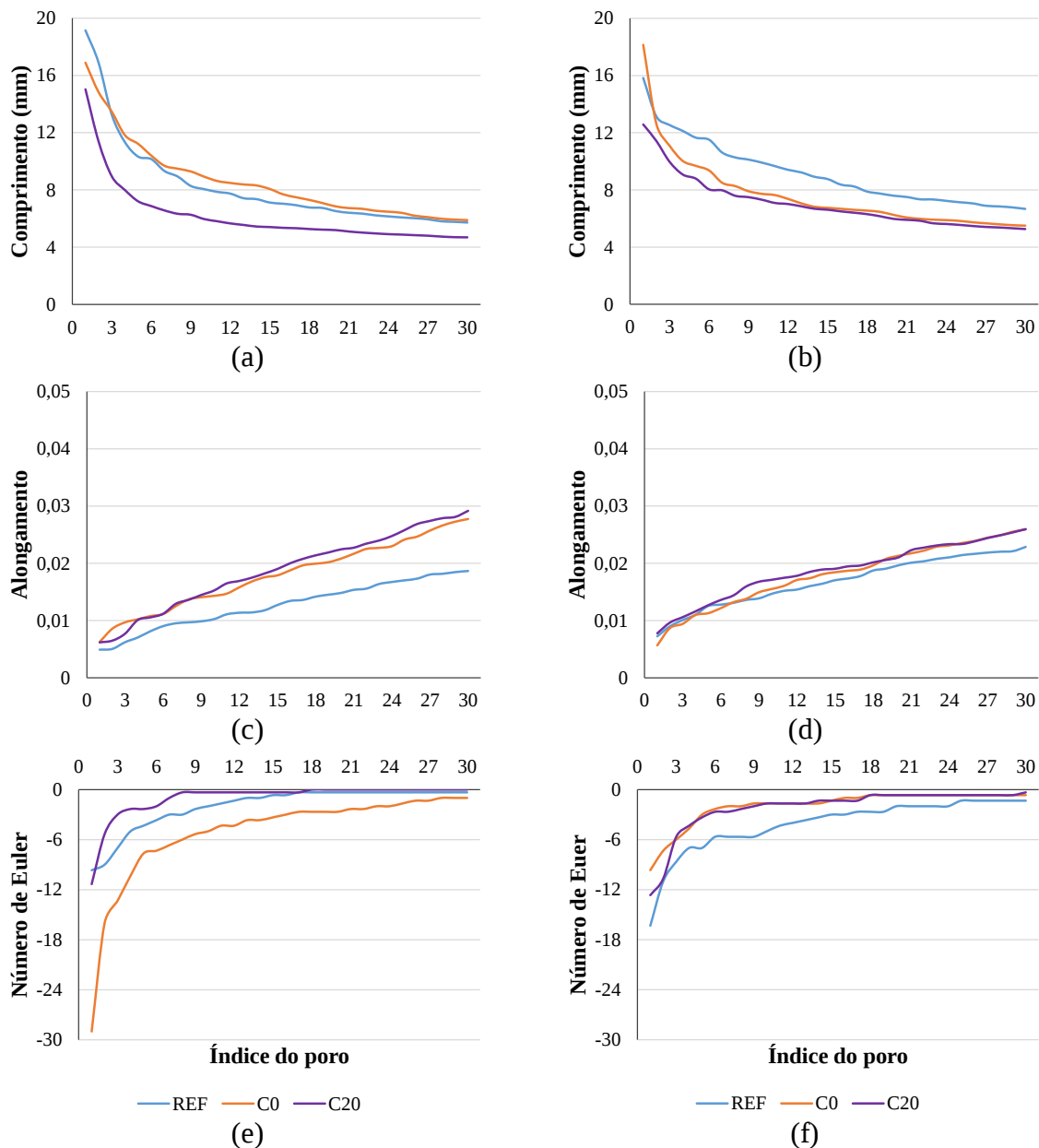
Portanto, na camada A, a conversão do solo de pasto em SPD diminuiu expressivamente a conectividade dos poros (índice do poro de 1 a 5) enquanto que a calagem no solo sob SPD melhorou a conectividade. Na camada B, em contrapartida, a calagem não foi eficiente para melhorar a conectividade dos poros resultantes da separação do poro principal.

3.3.5 Caracterização dos poros residuais

3.3.5.1 Comprimento, alongamento e número de Euler para os poros residuais

A Figura 3.11 apresenta os valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para 30 poros residuais, sendo esses os mais longos (Figura 3.11a,b), mais alongados (Figura 3.11c,d) e que apresentavam maior número de Euler (Figura 3.11e,f) para cada tratamento e camada do solo. Nesta figura, os poros foram organizados do mais longo para o mais curto, do mais alongado para o menos alongado e do menor para o maior número de Euler.

Figura 3.11 Valores médios de comprimento, alongamento e número de Euler para os 30 primeiros poros (índice do poro: 1 a 30) residuais na (a,c,e) camada A (0-10 cm) e na (b,d,f) camada B (10-20 cm). Os poros foram organizados do (a,b) mais longo para mais curto, (c,d) mais alongado para o menos alongado e (e,f) menor para maior número de Euler (mais para menos conectado).



Fonte: Ferreira et al. (2018b).

Nas Figuras 3.11a e 3.11b, nota-se que, em ambas as camadas, C20 apresentou poros residuais mais curtos em comparação a REF e C0, considerando os trinta poros mais longos. Isso é ilustrado nas Figuras 3.10c e 3.10d, as quais mostram a presença de poros residuais mais longos para REF e C0. As Figuras 3.11c e 3.11d corroboram os resultados mencionados no sentido de que a REF apresentou poros mais alongados entre os tratamentos. Porém, C0 e C20 apresentaram um intervalo de valores de alongamento similar. Analisando a Figura 3.11e, percebe-se que C20 apresentou em geral poros residuais menos conectados, o que também está em acordo com os resultados de comprimento e alongamento.

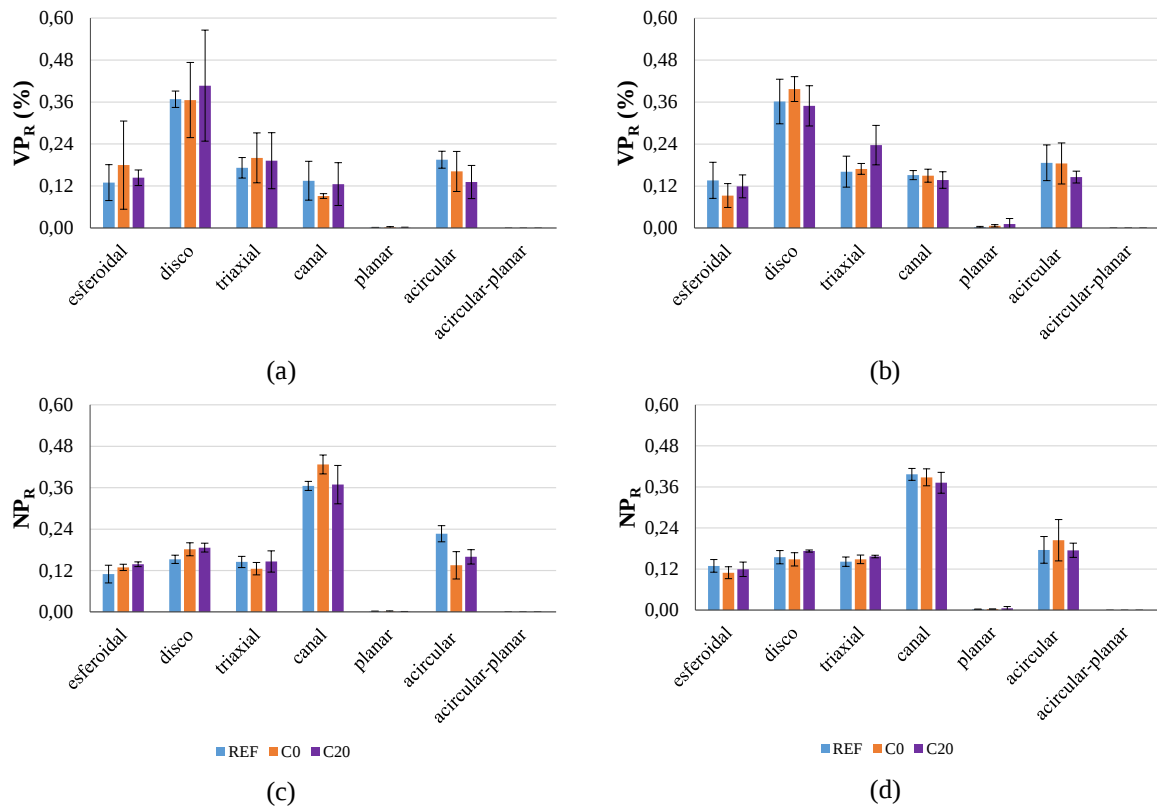
As pequenas variações observadas demonstram que a calagem reduziu os valores médios de comprimento, alongamento e conectividade dos poros residuais, principalmente na camada A. Pode-se interpretar, portanto, que parte dos poros, que eram previamente mais longos para as amostras de C0, foram incorporados ao poro principal em função da calagem (C20). Este é um efeito interessante, uma vez que poros residuais longos não são úteis para o transporte de água no solo, considerando que a água permanece retida nesses poros pelo fato de não possuírem abertura.

3.3.5.2 Classificação de poros em termos de formato

Para todos os tratamentos, em ambas as camadas, os poros com formato de disco ocuparam a maior fração do volume de poros residuais (VP_R), enquanto que o número de poros residuais (NP_R) mais abundante ocorreu para os poros com formato de canal (Figura 3.12). Maric (2016) relatou a predominância de poros do tipo canal para um solo sob SPD e atribuiu esta formação tubular ao prolongamento de raízes e fauna do solo. De maneira complementar, Pires et al. (2017b) mostraram que poros do tipo canal eram abundantes em um solo sob SPD, mas a sua proporção era comparável à de poros de formato acircular.

O VP_R não foi alterado pela implementação do SPD (REF para C0) para nenhum dos formatos de poros, em nenhuma das camadas de solo. No entanto, a implementação do SPD, na camada A, causou respectivamente um aumento e uma diminuição no NP_R para os poros com formato de canal e acircular (Figura 3.12c). O único efeito observado da calagem foi um aumento no VP_R classificado no formato triaxial, na camada B (Figura 3.12b).

Figura 3.12 Distribuição normalizada do volume de poros residuais (VP_R) e número de poros residuais (NP_R) em função do formato de poros na (a,c) camada A (0-10 cm) e na (b,d) camada B (10-20 cm). Volumes de poros menores que $0,1 \text{ mm}^3$ foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições

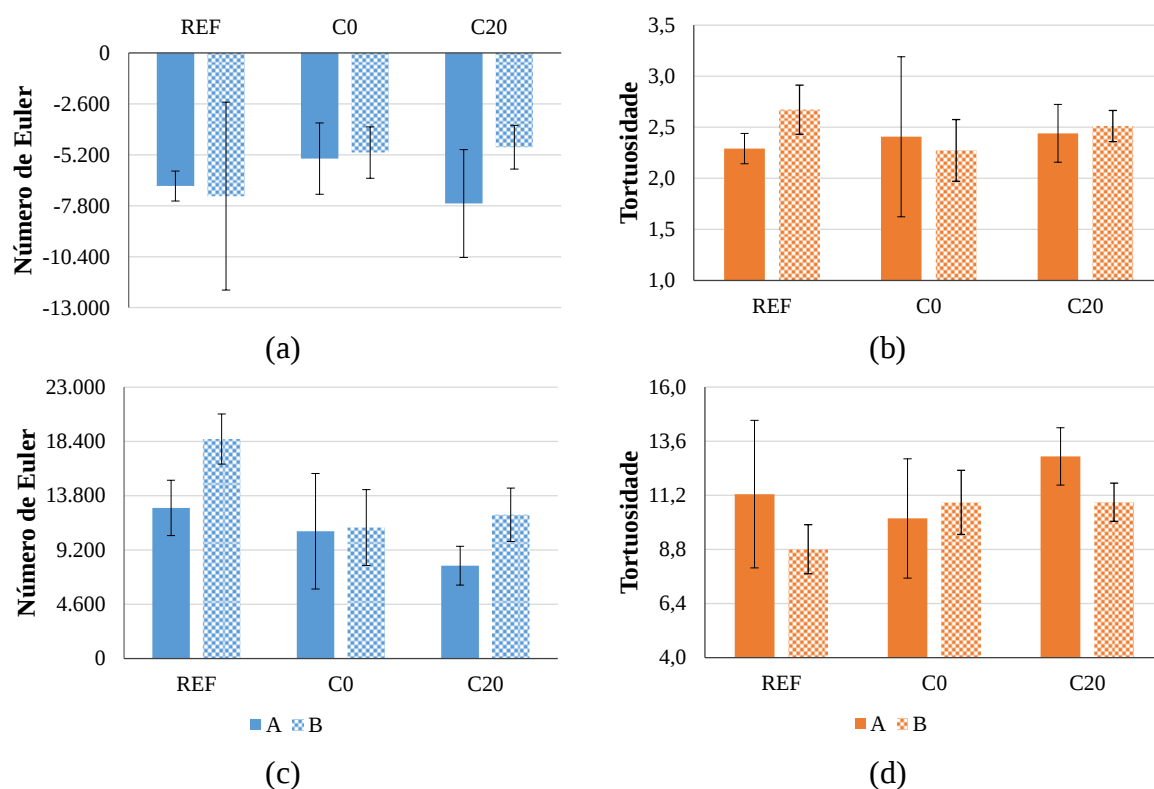


Fonte: Ferreira et al. (2018b).

3.3.6 Tortuosidade e conectividade: poro principal e poros residuais

A Figura 3.13 mostra os valores de conectividade e tortuosidade para o poro principal, sem separação, e para a rede de poros formada pelos poros residuais, considerando as duas camadas de solo estudadas. A conectividade foi novamente medida em termos do número de Euler (quanto menor/mais negativo, mais conectado é o espaço poroso), assim como foi feito para as Figuras 3.9 e 3.11. A diferença entre a presente análise e aquela feita para as Figuras 3.9 e 3.11 consiste no fato de que, nos casos mencionados, a conectividade foi medida isoladamente para cada poro (aqueles resultantes da separação do poro principal na Figura 3.9 e os poros residuais na Figura 3.11). Isto explica a diferença no intervalo de números de Euler estimados entre as Figuras 3.9e,f (0 a -1.000) e a Figura 3.13a (0 a -13.000) para o poro principal e entre as Figuras 3.11e,f (0 a -30) e a Figura 3.13c (0 a 23.000) para os poros residuais.

Figura 3.13 Número de Euler (conectividade) e Tortuosidade para (a,b) o poro principal e (c,d) a rede de poros residuais (com volumes de poros maiores que $0,002 \text{ mm}^3$), na camada A (0-10 cm) e na camada B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições



Fonte: Ferreira et al. (2018b).

A tendência observada para o número de Euler na Figura 3.13a concorda com aquela verificada nas Figuras 3.9e e 3.9f, o que fornece evidência de que a separação dos poros foi feita de forma razoável. A implementação do SPD (C0 em comparação com REF) promoveu uma diminuição da conectividade do poro principal enquanto que a calagem (C20 em comparação com C0) aumentou a sua conectividade na camada A (p -valor=0,12 em ambos os casos) (Figura 3.13a). Em acordo com este resultado, Naveed et al. (2014) encontraram maior conectividade de poros em amostras de agregados de solo quando este foi submetido à calagem. Na camada B, não houve alteração na conectividade do poro principal entre tratamentos.

Nas Figuras 3.6c e 3.6d, o comportamento inverso entre P' e NP, considerando as camadas A e B, para C20, corrobora a maior conectividade encontrada para C20 na camada A em relação à camada B (p -valor=0,07) (Figura 3.13a). Não foram observadas diferenças entre tratamentos, na camada A, em termos da tortuosidade do poro principal; na camada B, tanto REF (p -valor=0,06) quanto C20 (p -valor=0,12) apresentaram maior tortuosidade do que C0 (Figura 3.13b). Vale ressaltar que maiores valores de tortuosidade representam maior resistência ao fluxo de fluidos (PERRET et al., 1999).

De forma geral, como esperado, a rede de poros residuais é consideravelmente menos conectada (números de Euler todos positivos) e mais tortuosa (Figuras 3.13c e 3.13d) que o poro principal (Figuras 3.13a e 3.13b). De acordo com Lehmann et al. (2006), o número de Euler é de fato negativo para redes de poros altamente conectadas e positivo para um conjunto de elementos isolados. Além disso, Jarvis et al. (2007) relataram que, considerando a hierarquia natural de poros do solo, maiores macroporos são geralmente mais contínuos e menos tortuosos. Rezanezhad et al. (2009) propuseram que poros pequenos, desconectados e mais tortuosos contribuem para a obstrução do fluxo de ar/água no solo, enquanto um único poro grande implica em um caminho que proporciona fluxo mais efetivo.

Não houve concordância com relação às tendências observadas na Figura 3.13c e Figuras 3.11e,f. Isto se deve ao fato de que, na Figura 3.13c, a análise de conectividade foi realizada na rede de poros residuais como um todo, considerando volumes de poros maiores que $0,002 \text{ mm}^3$, enquanto que nas Figuras 3.11e e 3.11f, somente os trinta primeiros poros residuais mais conectados foram analisados.

A implementação do SPD (REF para C0) não influenciou os valores de conectividade e tortuosidade da rede de poros residuais na camada A (Figuras 3.13c e 3.13d). Entretanto, na camada B, a implementação do SPD causou aumento da conectividade ($p\text{-valor} < 0,01$) e da tortuosidade ($p\text{-valor} = 0,04$). Por outro lado, a calagem somente aumentou a tortuosidade da rede de poros residuais, na camada A ($p\text{-valor} = 0,07$) (Figura 3.13d). Entre camadas, observou-se melhor conectividade ($p\text{-valor} = 0,02$) e maior tortuosidade ($p\text{-valor} = 0,03$) na camada A em comparação com a camada B para C20 (Figuras 3.13c e 3.13d).

Conclusões

1. A calagem do solo sob SPD somente aumentou a P' na camada A e, com a calagem, a camada A do solo se tornou mais porosa, com menos poros isolados, em comparação com a camada B.
2. Verificou-se que o sistema poroso do solo estudado era formado de um poro principal, que domina a P' , e de grande quantidade de pequenos poros desconectados (residuais) que contribuem minimamente para a P' . A implementação do SPD aumentou o número de poros em que o poro principal foi separado (NP_s) nas duas camadas e tornou estes poros mais curtos, porém mais alongados e menos conectados, principalmente na camada A. A calagem do solo sob SPD aumentou o NP_s na camada A, onde esse procedimento resultou em um aumento nos valores médios de alongamento e

conectividade dos poros separados. Na camada B, a calagem somente aumentou o alongamento dos poros separados.

3. Foram observadas mudanças na configuração do poro principal, devido a sua separação, em função das condições do solo. Verificou-se principalmente a presença de poros cilíndricos orientados verticalmente para REF (antes da implementação do SPD), aglomerados de poros sem orientação preferencial para C0 (SPD) e formação típica de bioporos, com poros cilíndricos orientados horizontalmente, para C20 (SPD com calagem). O fato de que a μ TC permitiu identificar alterações no padrão de formação de poros devido à calagem em ambas as camadas, ainda que somente a camada A tenha sido quimicamente afetada, consiste em uma vantagem importante com relação a métodos tradicionais de análise de propriedades físicas do solo, uma vez que revelou efeitos secundários da calagem.
4. Poros residuais mais curtos, menos alongados e menos conectados foram identificados como consequência da calagem. Entre os poros residuais, os poros com formato de disco foram predominantes, em termos do volume de poros, e os com formato de canal foram predominantes em número de poros. A calagem do solo aumentou ainda a conectividade do poro principal como um todo (sem separação) e a tortuosidade da rede de poros formada pelos poros residuais na camada A.

Referências

- ALAM, T.; TAKHAR, P. S. Microstructural Characterization of Fried Potato Disks Using X-Ray Micro Computed Tomography. **Journal of Food Science**, v. 81, n. 3, p. E651–E664, 2016.
- ANIKWE, M. A. N.; EZE, J. C.; IBUDIALO, A. N. Influence of lime and gypsum application on soil properties and yield of cassava (*Manihot esculenta* Crantz.) in a degraded Ultisol in Agbani, Enugu Southeastern Nigeria. **Soil & Tillage Research**, v. 158, p. 32–38, 2016.
- AULER, A. C. et al. Effects of surface-applied and soil-incorporated lime on some physical attributes of a Dystrudept soil. **Soil Use and Management**, v. 33, n. 1, p. 129–140, 2017.
- BORGES, J. A. R. **Tamanhos Elementares Representativos de Atributos do Solo via Atenuação de Raios Gama e Tomografia Computadorizada**. 2015. 119 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.
- BRABANT, L. et al. Three-Dimensional Analysis of High-Resolution X-Ray Computed Tomography Data with Morpho+. **Microscopy and Microanalysis**, v. 17, n. 2, p. 252–263, 2011.
- BUADES, A.; COLL, B.; MOREL, J. M. A non-local algorithm for image denoising. In: Proceedings of the IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition 2005, San Diego, CA. **Anais**: San Diego, CA: IEEE Comput. Soc., 2005.

BULLOCK, N. et al. **Handbook for Soil Thin Section Description**. 1st. ed. England: Waine Research, 1985.

CARMEIS FILHO, A. C. A. et al. Impact of Amendments on the Physical Properties of Soil under Tropical Long-Term No Till Conditions. **PLOS ONE**, v. 11, n. 12, p. e0167564, 2016.

CASTRO, S. S. et al. Micromorfologia do solo: bases e aplicações. In: NOVAIS, R. F.; ALVAREZ, V. V. H.; SCHAEFER, C. E. (Eds.). **Tópicos em ciência do solo**. Viçosa: SBCS, 2003. p. 107–164.

CERCIOGLU, M. et al. Effects of cover crop and biofuel crop management on computed tomography-measured pore parameters. **Geoderma**, v. 319, p. 80–88, 2018.

CHEN, Z. et al. Microstructural characteristics and elastic modulus of porous solids. **Acta Materialia**, v. 89, p. 268–277, 2015.

DANE, J. H.; HOPMANS, J. W. Water retention and storage. In: DANE, J. H.; TOPP, G. C. (Eds.). **Methods of Soil Analysis. Part 4: Physical Methods**. Madison, WI: Soil Science Society of America, 2002. p. 671–690.

ELLIOT, T. R.; REYNOLDS, W. D.; HECK, R. J. Use of existing pore models and X-ray computed tomography to predict saturated soil hydraulic conductivity. **Geoderma**, v. 156, n. 3–4, p. 133–142, 2010.

ERNANI, P. R.; RIBEIRO, M. F. S.; BAYER, C. Chemical Modifications Caused by Liming Below the Limed Layer in a Predominantly Variable Charge Acid Soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 35, n. 5–6, p. 889–901, 2004.

FEI. **Avizo User's Guide**. 2015. Disponível em: <<https://www.fei.com/software/avizo-user-guide/>>.

FERREIRA, T. R. et al. Surface liming effects on soil radiation attenuation properties. **Journal of Soils and Sediments**, v. 18, n. 4, p. 1641–1653, 2018.a.

FERREIRA, T. R. et al. X-ray microtomography analysis of lime application effects on soil porous system. **Geoderma**, v. 324, n. 15, p. 119–130, 2018.b.

GRIEVE, I. C.; DAVIDSON, D. A.; BRUNEAU, P. M. C. Effects of liming on void space and aggregation in an upland grassland soil. **Geoderma**, 125, n. 1–2, p. 39–48, 2005.

HAYNES, R. J.; NAIDU, R. Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, v. 51, n. 2, p. 123–137, 1998.

HINO, M.; FUJITA, K.; SHUTTO, H. A laboratory experiment on the role of grass for infiltration and runoff processes. **Journal of Hydrology**, v. 90, n. 3–4, p. 303–325, 1987.

IASSONOV, P.; GEBRENEGUS, T.; TULLER, M. Segmentation of X-ray computed tomography images of porous materials: A crucial step for characterization and quantitative analysis of pore structures. **Water Resources Research**, v. 45, n. 9, 2009.

JARVIS, N. J. A review of non-equilibrium water flow and solute transport in soil macropores:

principles, controlling factors and consequences for water quality. **European Journal of Soil Science**, v. 58, n. 3, p. 523–546, 2007.

JOSCHKO, M. et al. A non-destructive method for the morphological assessment of earthworm burrow systems in three dimensions by X-ray computed tomography. **Biology and Fertility of Soils**, v. 11, n. 2, p. 88–92, 1991.

KACZMAREK, Ł. et al. High-resolution computed microtomography for the characterization of a diffusion tensor imaging phantom. **Acta Geophysica**, v. 65, n. 1, p. 259–268, 2017.

KATUWAL, S. et al. Combining X-ray Computed Tomography and Visible Near-Infrared Spectroscopy for Prediction of Soil Structural Properties. **Vadose Zone Journal**, v. 0, n. 0, p. 0, 2017.

KLUTE, A. Water Retention: Laboratory Methods. In: KLUTE, A. (Ed.). **Methods of Soil Analysis: Part 1 - Physical and Mineralogical Methods**. Madison: American Society of Agronomy, Soil Science Society of America Book Series, 1986. p. 635–662.

LAL, R.; SHUKLA, M. K. **Principles of Soil Physics**. New York, NY, USA: CRC Press, 2004.

LAMANDÉ, M. et al. X-ray CT and Laboratory Measurements on Glacial Till Subsoil Cores. **Soil Science**, v. 178, n. 7, p. 359–368, 2013.

LEHMANN, P. et al. Tomographical imaging and mathematical description of porous media used for the prediction of fluid distribution. **Vadose Zone Journal**, v. 5, p. 80–97, 2006.

LOGSDON, S.; LINDEN, D. Interactions of earthworms with soil physical conditions influencing plant growth. **Soil Science**, v. 154, n. 4, p. PDF Only, 1992.

MARIC, M. **Quantifying the Influence of Management on Soil Structural Properties Using X-ray Computed Tomography**. 2016. 90 f. Thesis (Master of Science in Environmental Science) - University of Guelph, Guelph, Canada, 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10214/10001>

MERLE, J. et al. Microstructural characterization of biobased carbon foam by means of X-ray microtomography and compared to conventional techniques. **RSC Advances**, v. 6, n. 98, p. 96057–96064, 2016.

NAVEED, M. et al. Correlating Gas Transport Parameters and X-Ray Computed Tomography Measurements in Porous Media. **Soil Science**, v. 178, n. 2, p. 60–68, 2013.

NAVEED, M. et al. Pore Structure of Natural and Regenerated Soil Aggregates: An X-Ray Computed Tomography Analysis. **Soil Science Society of America Journal**, v. 78, p. 377–386, 2014.

NIEBER, J. L.; WARNER, G. S. **Evaluation of Computed Tomography to Determine the Distribution of Macropores in Soil**. St. Paul, MN: Water Resources Research Center, 1991. Disponível em: <<https://conservancy.umn.edu/handle/11299/92901>>. Acesso em: 31 jul. 2017.

PASSONI, S. et al. Three dimensional characterization of soil macroporosity by x-ray microtomography. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 2, p. 448–457, 2015.

PERRET, J. et al. Three-Dimensional Quantification of Macropore Networks in Undisturbed Soil Cores. **Soil Science Society of America Journal**, v. 63, n. 6, p. 1530, 1999.

PETH, S. et al. Three-Dimensional Quantification of Intra-Aggregate Pore-Space Features using Synchrotron-Radiation-Based Microtomography. **Soil Science Society of America Journal**, v. 72, n. 4, p. 897, 2008.

PIRES, L. et al. Weed control methods effects on the hydraulic attributes of a Latosol. **Acta Scientiarum. Agronomy**, v. 39, n. 1, 2017. a.

PIRES, L. et al. Soil structure changes induced by tillage systems. **Soil and Tillage Research**, v. 165, p. 66–79, 2017. b.

PIRES, L. F. et al. Twenty-five years of computed tomography in soil physics: A literature review of the Brazilian contribution. **Soil and Tillage Research**, v. 110, n. 2, p. 197–210, 2010.

PIRES, L. F.; BACCHI, O. O. S.; REICHARDT, K. Gamma ray computed tomography to evaluate wetting/drying soil structure changes. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 229, n. 3–4, p. 443–456, 2005.

RAB, M. A. et al. Evaluation of X-ray computed tomography for quantifying macroporosity of loamy pasture soils. **Geoderma**, v. 213, p. 460–470, 2014.

RACHMAN, A.; ANDERSON, S. H.; GANTZER, C. J. Computed-tomography measurement of soil macroporosity parameters as affected by stiff-stemmed grass hedges. **Soil Science Society of America Journal**, v. 69, p. 1609–1616, 2005.

REZANEZHAD, F. et al. Examining the effect of pore size distribution and shape on flow through unsaturated peat using computed tomography. **Hydrology and Earth System Sciences**, v. 13, n. 10, p. 1993–2002, 2009.

SASAL, M. C.; ANDRIULO, A. E.; TABOADA, M. A. Soil porosity characteristics and water movement under zero tillage in silty soils in Argentinian Pampas. **Soil and Tillage Research**, v. 87, n. 1, p. 9–18, 2006.

SCHLÜTER, S. et al. Image processing of multiphase images obtained via X-ray microtomography: A review. **Water Resources Research**, v. 50, n. 4, p. 3615–3639, 2014.

SCHMITT, M. et al. Classification and quantification of pore shapes in sandstone reservoir rocks with 3-D X-ray micro-computed tomography. **Solid Earth**, v. 7, n. 1, p. 285–300, 2016.

SHEPPARD, A. P.; SOK, R. M.; AVERDUNK, H. Techniques for image enhancement and segmentation of tomographic images of porous materials. **Physica A: Statistical Mechanics And Its Applications**, v. 339, n. 1-2, p. 145-151, 2004.

SPARKS, D. L. **Environmental Soil Chemistry**. San Diego: Elsevier, 2003.

SPRINGETT, J.; GRAY, R. The interaction between plant roots and earthworm burrows in pasture. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 29, n. 3–4, p. 621–625, 1997.

SYERS, J. K.; SPRINGETT, J. A. Earthworms and soil fertility. **Plant and Soil**, v. 76, n. 1–3,

p. 93–104, 1984.

TURNER, P. E. Liming as a factor in the amelioration of deteriorated tropical soils. **The Journal of Agricultural Science**, v. 19, n. 1, p. 83, 1929.

VAZ, C. et al. New Perspectives for the Application of High-Resolution Benchtop X-Ray MicroCT for Quantifying Void, Solid and Liquid Phases in Soils. In: TEIXEIRA, W. et al. (Eds.). **Application of Soil Physics in Environmental Analyses: Measuring, Modelling and Data Integration**. Switzerland: Springer, 2014. p. 499.

VINCENT, L.; SOILLE, P. Watersheds in digital spaces: an efficient algorithm based on immersion simulations. **IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence**, v. 13, n. 6, p. 583–598, 1991.

VOGEL, H. J.; WELLER, U.; SCHLÜTER, S. Quantification of soil structure based on Minkowski functions. **Computers and Geosciences**, v. 36, n. 10, p. 1236–1245, 2010.

WILDENSCHILD, D. et al. Using X-ray computed tomography in hydrology: systems, resolutions, and limitations. **Journal of Hydrology**, v. 267, n. 3–4, p. 285–297, 2002.

WILDENSCHILD, D.; SHEPPARD, A. P. X-ray imaging and analysis techniques for quantifying pore-scale structure and processes in subsurface porous medium systems. **Advances in Water Resources**, v. 51, p. 217–246, 2013.

4 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X POR RADIAÇÃO SÍNCROTRON NA AVALIAÇÃO DE EFEITOS DA CALAGEM EM AGREGADOS DO SOLO

Resumo

A organização hierárquica dos agregados no solo é responsável pela presença de poros inter- e intra-agregados. No presente estudo, teve-se como objetivo investigar os efeitos da calagem superficial, considerando as doses de 0, 10, 15 e 20 t ha⁻¹, sobre o sistema poroso (poros intra-agregados) de agregados do solo possuindo diâmetros equivalentes de 2-4 e 1-2 mm, nas camadas de 0-10 cm e 10-20 cm do solo. Estes agregados foram selecionados pelo método de peneiramento úmido, o qual foi realizado para a determinação do seu diâmetro médio ponderado. Imagens de microtomografia computadorizada utilizando raios X gerados por radiação síncrotron (μTC-RS) foram utilizadas para caracterizar os agregados em termos de porosidade, conectividade, tortuosidade, dimensão fractal e distribuições de porosidade e número de poros em função de intervalos de volume. Complementarmente, a técnica de fluorescência de raios X foi utilizada para avaliar a composição elementar dos agregados do solo. Todos os efeitos da calagem concentraram-se na camada de 0-10 cm, onde a porcentagem de cálcio foi elevada a um maior valor em agregados de 1-2 mm em comparação com aqueles de 2-4 mm. Em acordo com esse resultado, as propriedades físicas estudadas foram, em geral, mais fortemente influenciadas no caso dos menores agregados (1-2 mm). A calagem diminuiu a porosidade baseada na imagem e aumentou a tortuosidade de poros para agregados de 1-2 mm, mas não alterou a conectividade em nenhuma das circunstâncias. Além disso, a calagem reduziu a dimensão fractal em agregados de ambas as classes, o que concorda com o fato de que, com a calagem, poros maiores foram substituídos por poros menores em agregados de 1-2 mm, conforme análises de natureza quantitativa e qualitativa.

SYNCHROTRON BASED X-RAY COMPUTED MICROTOMOGRAPHY TO EVALUATE LIME APPLICATION EFFECTS ON SOIL AGGREGATE PROPERTIES

Abstract

The hierarchical organization of aggregates in the soil is responsible for the presence of inter and intra-aggregate pores. This research aimed to investigate effects of surface liming, considering lime rates of 0, 10, 15, and 20 t ha⁻¹, on the porous system (intra-aggregate pores) of soil aggregates with equivalent diameters of 2-4 and 1-2 mm, from 0-10 (A) and 10-20 cm (B) soil layers. These aggregates were selected by the wet sieving method, carried out for the determination of its mean weight diameter. Synchrotron based computed microtomography (SR-μCT) images were used to characterize the aggregates in terms of porosity, connectivity, tortuosity, fractal dimension and distributions of porosity and number of pores as function of volume intervals. Additionally, X-ray fluorescence was used to evaluate the elemental composition of the soil aggregates. All liming effects were concentrated at layer A, where calcium was raised to a higher percentage in aggregates of 1-2 mm when compared to those of 2-4 mm. Accordingly, the physical parameters studied were in general more influenced in the case of smaller aggregates (1-2 mm). Liming decreased the image-based porosity and increased tortuosity of pores for 1-2 mm aggregates but it did not affect pore connectivity under any of the circumstances. Besides, liming decreased the fractal dimension in aggregates from both 2-4 and 1-2 mm classes, which is in line with the fact that larger pores were replaced by smaller ones in 1-2 mm aggregates, as both quantitatively and qualitatively analyzed.

4.1 INTRODUÇÃO

Solos que oferecem estrutura adequada para o crescimento de plantas, bem como armazenamento e transporte adequados de água, são caracterizados pela presença de agregados estáveis (HILLEL, 2004). Estes agregados apresentam, em seu espaço poroso, poros inter- e intra-agregados, sendo que os poros inter-agregados podem responder a ações humanas e naturais de forma diferente em relação a poros intra-agregados (KUTÍLEK, 2004).

O diâmetro médio ponderado é o índice mais utilizado quando se deseja relacionar o tamanho e a estabilidade de agregados, isto é, maiores agregados implicam em maior estabilidade (NIMMO; PERKINS, 2002). No entanto, esse índice não oferece informações a respeito do espaço poroso no interior dos agregados. Uma questão importante a ser considerada é se diferentes tamanhos de agregados apresentam propriedades distintas do sistema poroso do solo. Como exemplo, Zhou; Mooney e Peng (2017) investigaram efeitos de fertilizantes na bimodalidade da estrutura porosa do solo a partir de uma combinação das porosidades de agregados e de monólitos (amostras indeformadas) de solo determinadas por microtomografia computadorizada. Considerando os diferentes tamanhos de amostras, os últimos autores mencionados somente encontraram diferenças na porosidade inter-agregados. Esse resultado seria previsto devido ao fato de grande parte dos poros inter-agregados ser eliminada na análise de pequenos agregados.

Agregados individuais são geralmente mais densos em comparação com grupos de agregados, tais como aqueles encontrados em amostras indeformadas de solo (DEXTER, 1988; HORN, 1990). Agregados pequenos são principalmente caracterizados pela presença de poros intra-agregados, os quais influenciam na hidrostática e hidrodinâmica da água (TISDALL; OADES, 1982; KUTILEK; JENDELE; PANAYIOTOPOULOS, 2006). Dos pontos de vista físico e ambiental, a caracterização desses agregados é importante, uma vez que os mesmos influenciam nas propriedades físicas do solo em diferentes escalas (WANG et al., 2012).

Uma ferramenta importante que pode ser utilizada na avaliação do sistema poroso de pequenos agregados é a microtomografia computadorizada de raios X (μ TC). A μ TC por radiação síncrotron (μ TC-RS) é especialmente interessante devido às altas resoluções espaciais obtidas (RABOT et al., 2018). Entre diversos exemplos, a μ TC-RS vem sendo utilizada para estudar a influência de sistemas de manejo, os efeitos de restauração da vegetação a longo prazo e a distribuição da matéria orgânica em termos de redes de poros nos agregados de solo (NGOM et al., 2011; ZHOU et al., 2012; PETH et al., 2014). Propriedades físicas do espaço poroso intra-agregados, tais como sua conectividade, alongamento dos poros, tortuosidade e dimensão

fractal podem ser avaliadas por meio da μ TC, a partir da aplicação de conceitos matemáticos de geometria e morfologia (MARTÍNEZ et al., 2015; TSENG; ALVES; CRESTANA, 2018; CHAKRABORTI et al., 2003; PASSONI et al., 2015; PIRES et al., 2017).

A calagem é utilizada para reduzir problemas relacionados à acidez do solo, podendo afetar a sua estrutura, a depender, entre outros fatores, do tempo de aplicação do calcário e da atividade biológica do solo (HOLLAND et al., 2018). Ferreira et al. (2018a) demonstraram que a calagem superficial promove alterações em propriedades de atenuação do solo devido ao aumento no conteúdo de cálcio (Ca) nas faixas de solo com calagem. Relata-se também que a calagem fortalece as ligações responsáveis pela estabilidade de agregados em água ($>0,25$ mm), o que pode ser atribuído à formação de pontes iônicas de Ca entre a matéria orgânica e a superfície de argilo-minerais (CHAN; HEENAN, 1999). Além disso, existem evidências de uma forte relação entre a formação de agregados, a porosidade e os atributos químicos do solo (REGELINK et al., 2015). Porém, até o presente momento, são encontrados poucos trabalhos científicos que abordam efeitos de corretivos no solo, com foco específico no sistema de poros intra-agregados (ZHOU et al., 2013; NAVEED et al., 2014; WANG et al., 2017).

O presente estudo tem como objetivo analisar o potencial da μ TC-RS na investigação dos efeitos da calagem superficial (doses 0, 10, 15 e 20 t ha⁻¹) sobre o sistema poroso de agregados do solo, com diâmetros equivalentes de 2-4 e 1-2 mm, coletados nas camadas de 0-10 cm e 10-20 cm. Foram realizadas análises das seguintes propriedades micromorfológicas e geométricas: porosidade, conectividade, tortuosidade, dimensão fractal e distribuição da porosidade e número de poros em função de intervalos de volume. De maneira complementar, determinou-se o diâmetro médio ponderado a fim de verificar efeitos na agregação do solo, bem como utilizou-se a técnica de FRX para detectar possíveis alterações na composição elementar dos agregados do solo.

4.2 MATERIAL E MÉTODOS

As amostras avaliadas neste capítulo são provenientes do experimento descrito em Ferreira et al. (2018a) (item 2.2.1 deste trabalho) e foram coletadas no mesmo período. No entanto, foram considerados para o presente estudo os tratamentos C0, C10, C15 e C20.

Um total de 24 monólitos de solo (4 amostras $\times$ 3 tratamentos $\times$ 2 camadas) foram coletados manualmente (12 $\times$ 12 $\times$ 12 cm). Os monólitos foram cuidadosamente desagregados, buscando-se romper manualmente os planos de fraqueza encontrados. Foram selecionadas, para o peneiramento úmido, três porções de agregados (triplicata) de 8-19 mm (100 g/cada porção), provenientes de cada um dos monólitos desagregados (total de 12 porções por

tratamento/camada) (Figura 4.1a). O peneiramento úmido foi feito com base no procedimento originalmente desenvolvido por Yoder (1936) e adaptado por Castro Filho; Muzilli e Podanoschi (1998), seguindo as instruções propostas em Briedis et al. (2012). Para isso, utilizou-se uma sequência de peneiras sobrepostas com malhas de 8, 4, 2, 1, 0,5, 0,25 e 0,053 mm (Figura 4.1b).

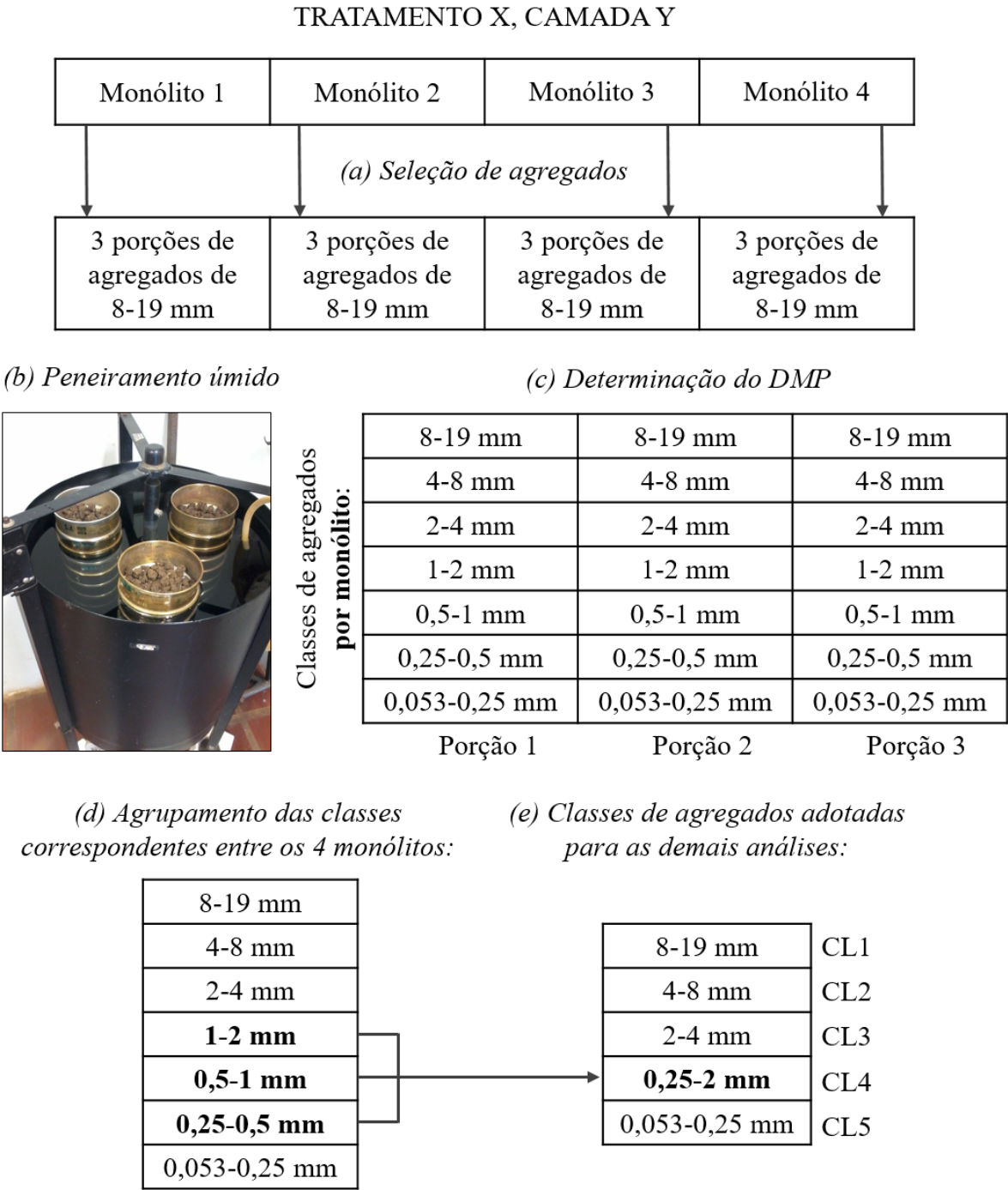
Após o peneiramento úmido, os conjuntos de agregados retidos em cada peneira constituíram as seguintes classes: 8-19, 4-8, 2-4, 1-2, 0,5-1, 0,25-0,5 e 0,053-0,25 mm. A proporção de fragmentos >0,25 mm constitui os agregados estáveis em água, enquanto os fragmentos com diâmetros entre 0,05 e 0,25 mm representam os microagregados estáveis em água (RABOT et al., 2018). Os agregados de cada uma das classes foram secos em estufa a 40 °C em recipientes de plástico. O diâmetro médio ponderado (DMP) foi calculado, para cada porção (Figura 4.1c), pela equação proposta em Hillel (2004):

$$\sum_{i=1}^{n=7} (x_i w_i), \quad (4.1)$$

onde w_i é a proporção da massa de agregados em cada classe em relação ao total (100 g) e x_i é o diâmetro médio (mm) de cada classe. Determinou-se, então, o valor médio de DMP para cada tratamento/camada, considerando-se, nos respectivos casos, os valores obtidos para os quatro monólitos.

Foram selecionadas e agrupadas alíquotas iguais de agregados das classes correspondentes, provenientes dos quatro monólitos originais de cada tratamento/camada; como resultado, formou-se apenas uma porção de agregados de cada classe para C0, C10, C15 e C20 nas camadas A e B (Figura 4.1d). As classes de agregados de 1-2, 0,5-1 e 0,25-0,5 mm foram combinadas e as seguintes classes foram adotadas para as demais análises (conforme descrição nos próximos parágrafos): 8-19 (CL1), 4-8 (CL2), 2-4 (CL3), 0,25-2 (CL4) e 0,053-0,25 (CL5) mm (Figura 4.1e).

Figura 4.1 Sequência dos procedimentos experimentais adotados para a separação dos agregados. Cada porção continha 100 g de agregados. X representa os tratamentos, C0, C10, C15 e C20 e Y representa as camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo.

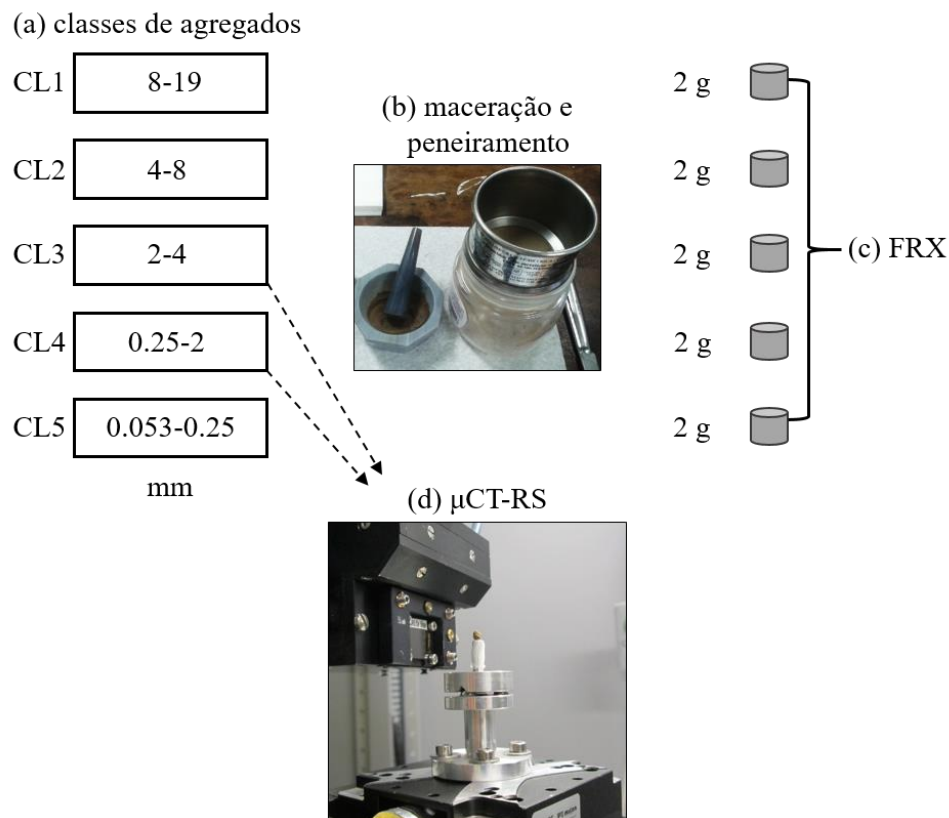


Fonte: A autora.

Para as medidas de FRX (modo semi-quantitativo), porções iguais de agregados das classes CL1, CL2, CL3, CL4 e CL5 foram maceradas em almofariz de ágata para redução do diâmetro de partícula ($45\ \mu\text{m}$) (Figuras 4.2a e 4.2b). Armazenou-se aproximadamente 2g de amostra em porta-amostras próprios do equipamento, envolvidos com filme de Mylar ($6\ \mu\text{m}$ de espessura). Três medidas foram realizadas para cada amostra utilizando-se o equipamento e configurações previamente descritos no item 2.2.2.2 (Figura 4.2c). Entretanto, no presente estudo, as medidas foram realizadas com a saída de dados em termos de elementos (%).

Para cada tratamento e camada, foram selecionados três agregados estáveis em água com diâmetros variando de 2 a 4 mm (pertencentes à classe CL3) e 1 a 2 mm (pertencentes à classe CL4) para o escaneamento, como exemplificado na Figura 4.2d. Esta seleção foi baseada nas dimensões do detector do $\mu\text{TC-RS}$.

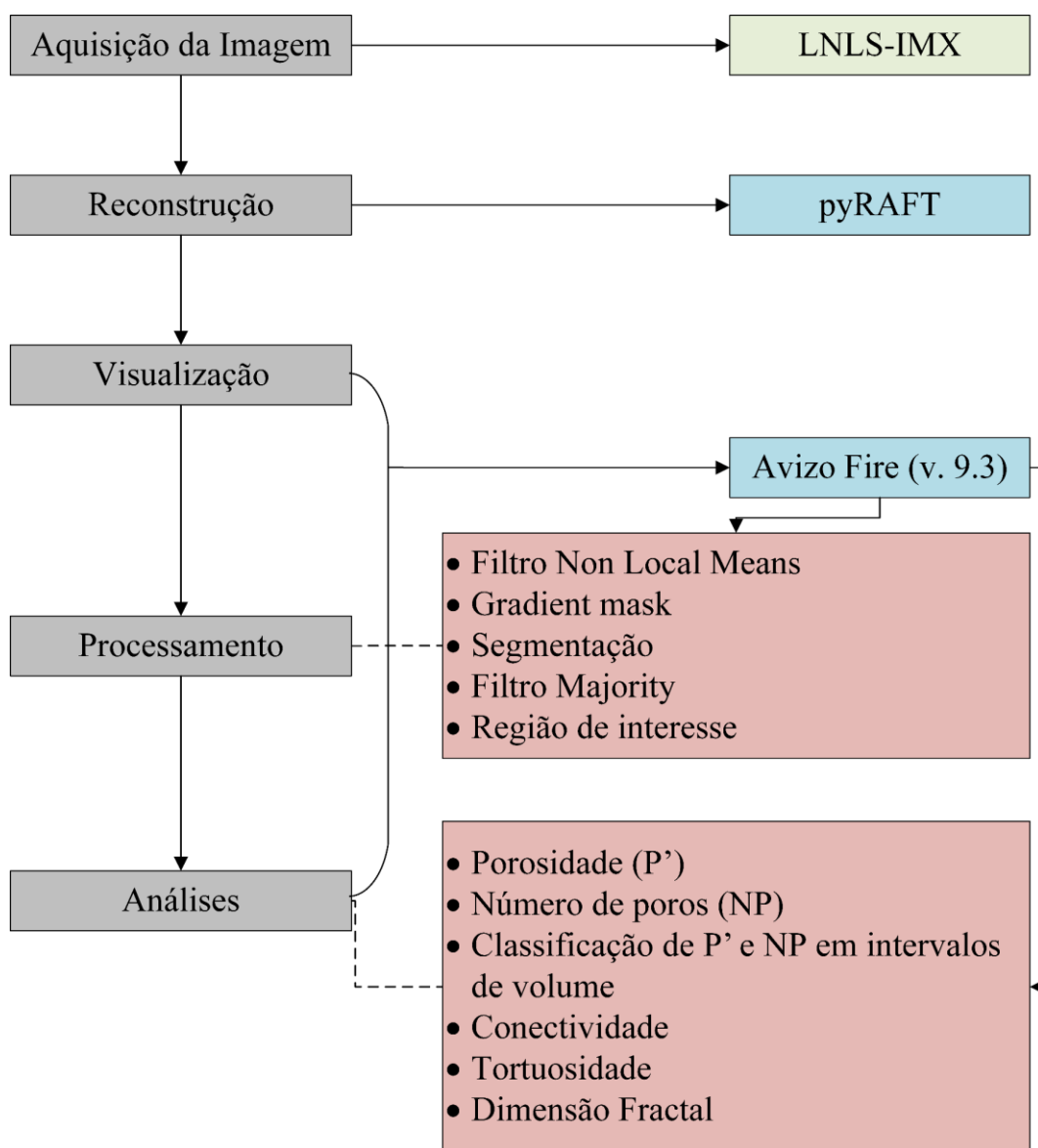
Figura 4.2 (a) Classes de agregados que passaram por (b) maceração e peneiramento para as medidas de (c) FRX; (d) seleção de três agregados, para cada tratamento e camada, das classes CL3 e CL4 para análises de microtomografia de raios X por radiação síncrotron ($\mu\text{TC-RS}$).



Fonte: A autora.

A Figura 4.3 apresenta um diagrama com a sequência dos procedimentos (aquisição, reconstrução, visualização, processamento e análise das imagens) e softwares adotados para o estudo das imagens de μ TC-RS, os quais serão descritos nos parágrafos seguintes.

Figura 4.3 Diagrama esquemático dos procedimentos (à esquerda, cor cinza) e softwares (à direita, cor azul) adotados para o estudo (descrição à direita, cor rosa) das imagens de μ TC-RS. LNLS: Laboratório Nacional de Luz Síncrotron; IMX: Linha de Luz.



Fonte: A autora.

O escaneamento dos agregados foi realizado no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), pertencente ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), localizado em Campinas (SP). Foram adquiridas 1001 projeções por amostra, distribuídas angularmente de 0 a 180°, com feixe rosa (policromático) de energia entre 5 keV e 20 keV e tempo de exposição configurado em termos de contagem (125.000). O detector foi

posicionado a uma distância de 260 mm da amostra e uma câmera modelo PCO.2000, com sensor composto de 2048×2048 pixels, foi utilizada para adquirir a imagem. O microscópio ótico foi configurado com objetiva de 5x, a qual proporciona um campo de visão de $3,4 \times 3,4$ mm e tamanho de voxel de $1,64 \times 1,64 \times 1,64$ μm . Filtros de silício, com espessura de 200 e 350 μm , foram utilizados para atenuar os fótons de raios X de baixas energias, minimizando assim efeitos de endurecimento de feixe. O processo de reconstrução foi realizado utilizando-se o software pyRAFT, desenvolvido pela equipe do LNLS, no qual ajustou-se o valor de *threshold* e a intensidade do filtro para correção de artefatos em forma de anéis.

As etapas de visualização, processamento e análise das imagens foram realizadas com o uso do software comercial Avizo FireTM (v. 9.3). Os ruídos nas imagens originais ($\hat{I}$) foram eliminados aplicando-se o filtro *non-local means* ($\hat{I}_{NL}$) com os parâmetros de ajuste *search window*: 15; *local neighborhood*: 3; *similarity value*: 1 (BUADES; COLL; MOREL, 2005). O algoritmo *gradiente mask*, configurado com desvio padrão de 20%, foi então aplicado ($\hat{I}_{NL+IG}$) a fim de detectar voxels parciais entre as fases ar e sólidos (SCHLÜTER et al., 2014). O parâmetro de ajuste *search window* para o filtro *non-local means* foi definido com base na imagem resultante após a aplicação do algoritmo *gradiente mask*. O ajuste do parâmetro *local neighborhood* foi crucial para a eliminação de ruídos na imagem original. Se este parâmetro é muito menor ou muito maior do que as estruturas mais finas na imagem, o algoritmo apresenta pouco ou nenhum efeito (FEI, 2017).

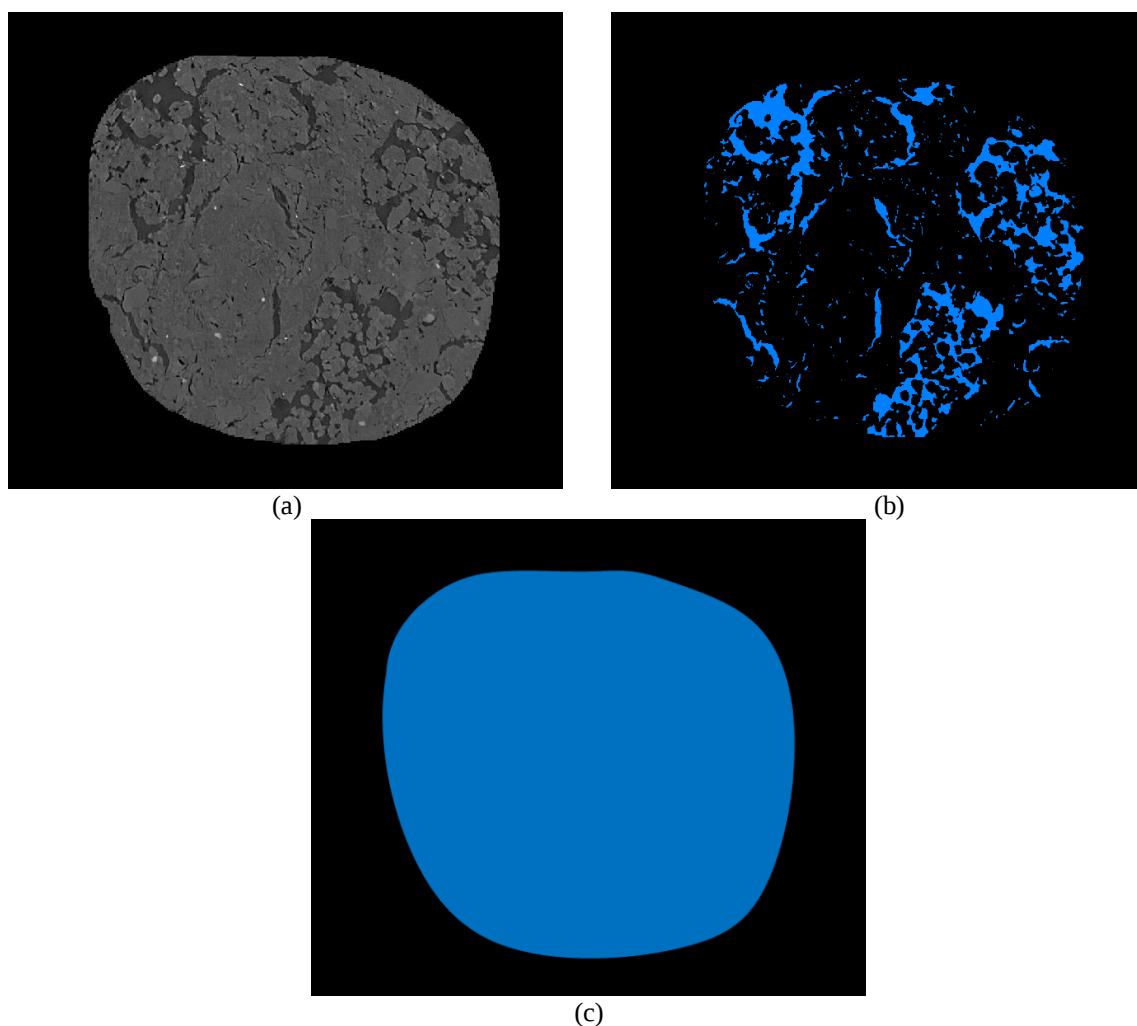
Mesmo com a aplicação do filtro *non-local means*, não foi possível identificar a separação entre as fases no histograma de escala de cinza. Neste caso, o filtro *unsharp mask* não foi eficaz para realçar a separação de fases como havia sido para o processamento de imagens descrito no item 3.2.2.2 e, portanto, não foi aplicado.

Tendo em vista a impossibilidade de identificar a separação entre as fases ar e sólidos no histograma dos valores de cinza das imagens, a pré-classificação das respectivas fases foi realizada utilizando-se o critério visual do usuário. Para isso, ao utilizar o algoritmo *watershed segmentation* (VINCENT; SOILLE, 1991; IASSONOV; GEBRENEGUS; TULLER, 2009; SCHLÜTER et al., 2014), preenche-se o espaço poroso, sem invadir a fase sólida e, posteriormente, preenche-se a parte sólida sem invadir o espaço poroso. Então, para a binarização (segmentação) das imagens, as fases são delimitadas automaticamente pelo algoritmo, o qual adicionalmente leva como dado de entrada a imagem $\hat{I}_{NL+IG}$, com a detecção dos voxels parciais entre as fases. O maior intervalo a ser processado pelo algoritmo foi de oito valores consecutivos na escala de cinza (ex: 132 e 140, sendo esses respectivamente os valores de *threshold* definidos, visualmente, para as fases ar e sólidos).

Na sequência, aplicou-se nas imagens segmentadas o filtro *majority*, configurado com o valor 3 para o parâmetro *kernel size* em cada uma das direções. De acordo com FEI (2017), este filtro substitui grupos de voxels pelo valor mais abundante em suas vizinhanças; se diversos valores estão presentes simultaneamente em suas vizinhanças, o grupo de voxels original é mantido. Isso foi feito com a finalidade de evitar que voxels isolados ou pequenos grupos de voxels, com alta probabilidade de serem provenientes de artefatos gerados no processo de segmentação, fossem considerados como poros reais nas análises das imagens (PETH et al., 2008; KATUWAL et al., 2017).

O módulo *Volume Edit* foi utilizado para selecionar a região de interesse no interior das imagens de μ TC-RS para as análises subsequentes. Selecionou-se o maior volume de imagem possível para cada agregado utilizando-se uma ferramenta de seleção à mão livre (*draw + cut outside*). Nas Figuras 4.4a e 4.4b observa-se uma fatia em 2D da região de interesse de uma das imagens de μ TC-RS em escala de cinza e após segmentação. Com a finalidade de determinar o volume associado à região de interesse (volume total, V_t), o módulo *Create Mask* foi aplicado, gerando uma imagem conforme representação na Figura 4.4c. O volume de poros (V_p) e o V_t foram determinados aplicando-se respectivamente o módulo *Volume Fraction* na imagem segmentada (Figura 4.4b) e na imagem resultante do módulo *Create Mask* (representação na Figura 4.4c). A porosidade baseada na imagem (P' , %) foi calculada de acordo com a Equação 3.3, p. 60; porém, no presente caso, V_p representa o volume de poros detectados com a resolução de $1,64 \mu\text{m}$ (*i.e.*, poros com diâmetro equivalente $\geq 1,64 \mu\text{m}$).

Figura 4.4 Fatia em 2D da região de interesse de uma das imagens microtomográficas (a) em escala de cinza, após filtro non-local means, onde os tons mais escuros representam a fase ar e os tons mais claros representam a fase de sólidos; (b) após segmentação pelo método watershed, onde a cor azul representa a fase ar; (c) após aplicação do módulo Create Mask para determinação do volume total de interesse (representação aproximada).



Fonte: A autora.

O número de poros (NP), entendido como o número total de poros não conectados, e o volume de cada poro isolado foram obtidos utilizando-se um algoritmo classificativo pertencente ao módulo *Label Analysis*. Os valores de P' e NP foram classificados em diferentes intervalos de volumes: 0–10; 10–10²; 10²–10³; 10³–10⁴; 10⁴–10⁵; 10⁵–10⁹ μm³.

A conectividade e a tortuosidade foram caracterizadas utilizando-se respectivamente os módulos *Euler 3D* e *Centroid Path Tortuosity*. O número de Euler é um indicador de quão conectado está um poro a outros poros: quanto menor (mais negativo) for o número de Euler, maior é a conectividade (WILDENSCHILD; SHEPPARD, 2013; LEHMANN et al., 2006). Com relação à tortuosidade, há indicação de um caminho linear (poro retilíneo) quando seu valor é “um”, enquanto valores mais altos indicam caminhos (poros) mais tortuosos (PETH, 2010).

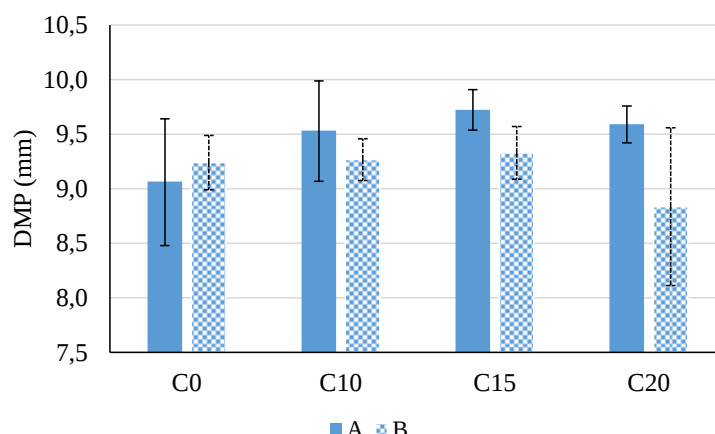
O módulo *Fractal Dimension* foi empregado para caracterizar a estrutura porosa dos agregados em termos de complexidade. Esse módulo fornece um número maior que 2 e estritamente menor que 3, com números próximos de 2 representando superfícies geométricas padrões (SCHMITT et al., 2016). Quando associada à uma imagem 3D, a dimensão fractal é um indicador eficaz para medir e comparar a irregularidade de uma superfície. No caso de amostras de solo segmentadas, essa superfície pode ser entendida como as paredes dos poros. Quanto menos regular for a superfície (o que caracteriza um sistema poroso mais complexo), maior é a dimensão fractal (FEI, 2017).

Todas as análises quantitativas foram feitas considerando o desvio padrão associado ao valor médio das medidas. Buscou-se identificar efeitos (entre tratamentos e entre camadas) quando houve pequena ou nenhuma sobreposição das barras de desvio. Não foram aplicados testes estatísticos de comparação de médias em razão da dependência entre os tratamentos (por se tratar de doses progressivas de calcário).

4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4.5 mostra que as doses de calcário causaram aumento em DMP na camada A. Briedis et al. (2012) também relataram aumento em DMP para um solo sob SPD como consequência da calagem superficial e, segundo os autores, isso está relacionado ao fluxo favorecido de carbono em direção aos agregados devido ao aumento na produção de biomassa proporcionado pela calagem. Relata-se também que o aumento do pH do solo devido à calagem (Tabela 2.3) aumenta a sua agregação e resulta na formação de agregados maiores (BRONICK; LAL, 2005; CARMEIS FILHO et al., 2016). Além disso, maiores concentrações de Ca^{2+} também são responsáveis por aumentar a formação de agregados, uma vez que a interação entre a matéria orgânica e as partículas minerais dependem da concentração de cátions trocáveis multi-valentes (REGALINK et al., 2015). Na camada B (Figura 4.5), a aplicação de calcário não apresentou qualquer efeito na agregação do solo, o que está de acordo com a ineficácia da correção da acidez nesta profundidade (Tabela 2.3).

Figura 4.5 Diâmetro médio ponderado (DMP) de agregados para C0, C10, C15 e C20, na camada A (0-10 cm) e na camada B (10-20 cm). Barras verticais representam o desvio padrão para quatro repetições.

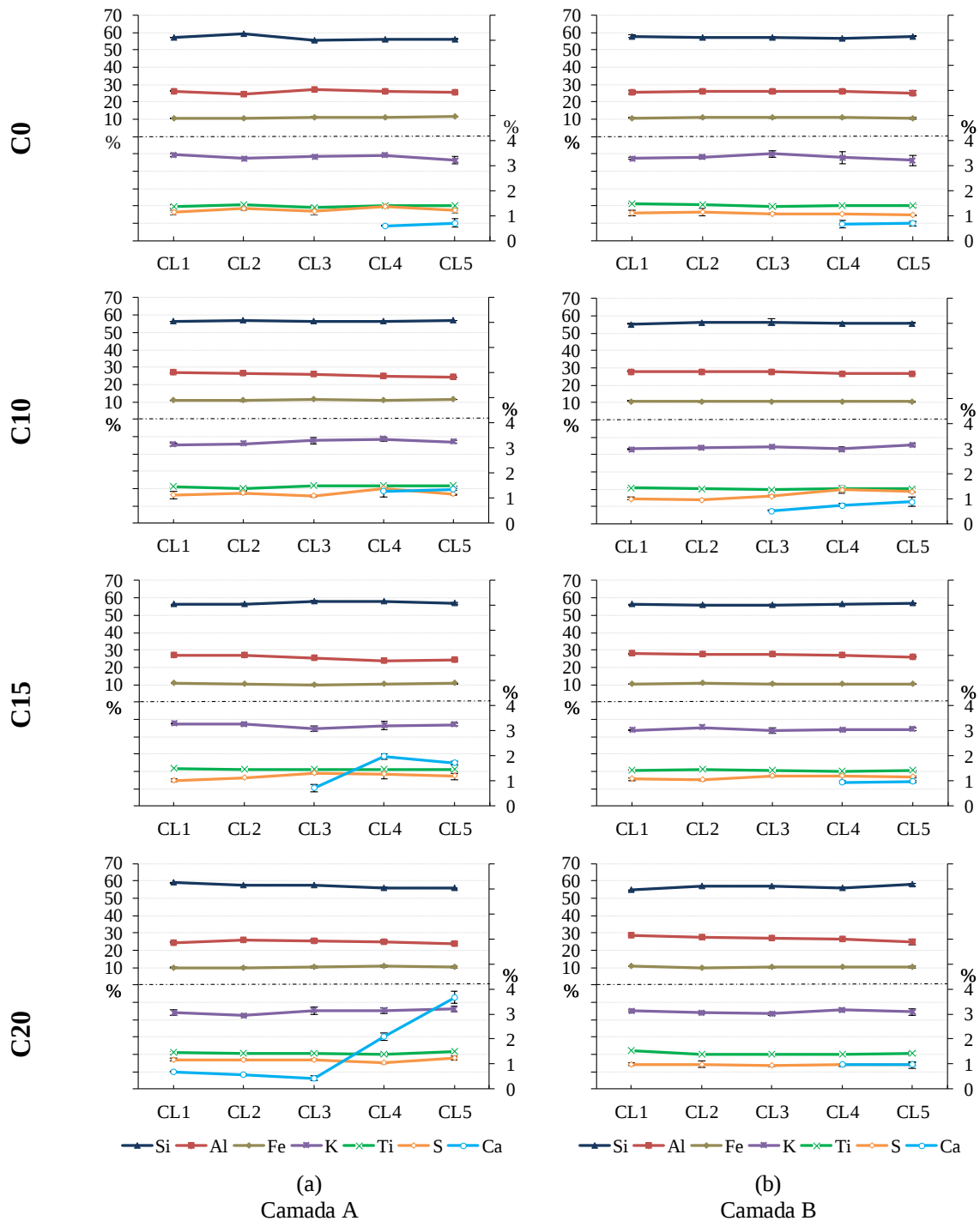


Fonte: A autora.

A análise elementar semi-quantitativa dos agregados classificados nas classes CL1 – CL5 (Figuras 4.2a - 4.2c), para as camadas A e B, é apresentada na Figura 4.6. Para todas as amostras, os elementos com as maiores concentrações foram Si, Al e Fe, seguidos por contribuições menores de K, Ti, S e Ca.

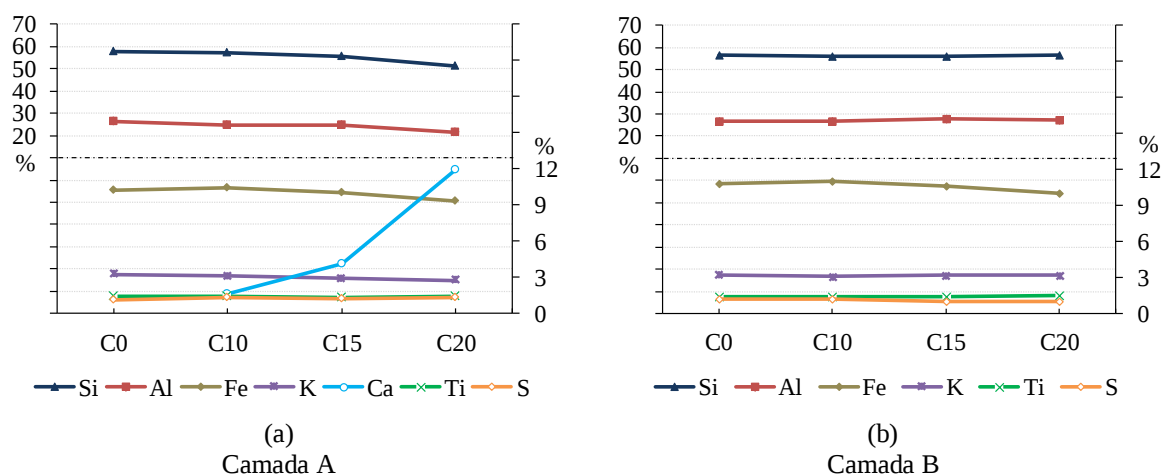
Os elementos identificados na Figura 4.6 também foram identificados para amostras de terra fina seca ao ar, provenientes do mesmo solo em estudo (Tabela 2.4, em termos de óxidos; Figura 4.7, em termos de elementos) (FERREIRA et al., 2018a). No entanto, em amostras de terra fina seca ao ar, a contribuição do elemento Ca somente ocorreu devido às doses de calcário (C10, C15 e C20), na camada A. Por este motivo, considerou-se que o Ca não seria um elemento inerente ao solo estudado, pelo menos tendo em vista os limites de detecção do equipamento utilizado nas medidas. No entanto, no estudo referente ao presente capítulo, observou-se que os menores agregados (classes CL4 e CL5) (Figura 4.6) contém certa porcentagem de Ca para C0 – sem aplicação de calcário – na camada A e para todos os tratamentos na camada B – onde a correção de acidez não foi eficaz. Isto mostra que, na verdade, existe uma baixa concentração de Ca que é inerente ao solo e encontra-se preferencialmente em pequenos agregados. Em outras palavras, em análises de FRX para amostras de terra fina seca ao ar, a baixa quantidade de Ca presente em pequenos agregados acaba sendo insignificante, em termos de concentração, de tal forma que não atingem o limite de detecção do equipamento para análises semi-quantitativas.

Figura 4.6 Análise de FRX de agregados de solo classificados nas seguintes classes: 8-19 (CL1), 4-8 (CL2), 2-4 (CL3), 0,25-2 (CL4) e 0,053-0,25 (CL5) mm, na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm) para C0, C10, C15 e C20. Elementos cuja contribuição foi menor que 0,5% foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: A autora.

Figura 4.7 Análise de FRX para amostras de terra fina seca ao ar, na (a) camada A (0-10 cm) e na (b) camada B (10-20 cm), para C0, C10, C15 e C20. Elementos cuja contribuição foi menor que 0,5% foram desconsiderados. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: A autora.

Nota: As medidas apresentadas nesta figura são equivalentes às aquelas apresentadas na Tabela 2.4, porém em termos de elementos ao invés de óxidos.

A partir da Figura 4.6a, observa-se que a contribuição de Ca aumenta progressivamente, na camada A, com as doses de calcário. Especificamente, nas classes CL4 e CL5, a quantidade de Ca aumenta de 1 % em C0 para $\approx 1,5$ % em C10, ≈ 2 % em C15, ≈ 2 e ≈ 4 % respectivamente em C20. Além disso, o Ca foi identificado na classe CL3 somente para C15 e C20 e nas classes CL1 e CL2 somente para C20. É provável que a quantidade de Ca entre os agregados da camada B também aumentasse no caso da aplicação de um método de manejo do solo que promovesse a incorporação do calcário em profundidade. Esta hipótese está baseada nos resultados de Auler et al. (2017), em que foram observados efeitos positivos em atributos químicos do solo na profundidade de 10-20 cm devido à associação da calagem com métodos de incorporação.

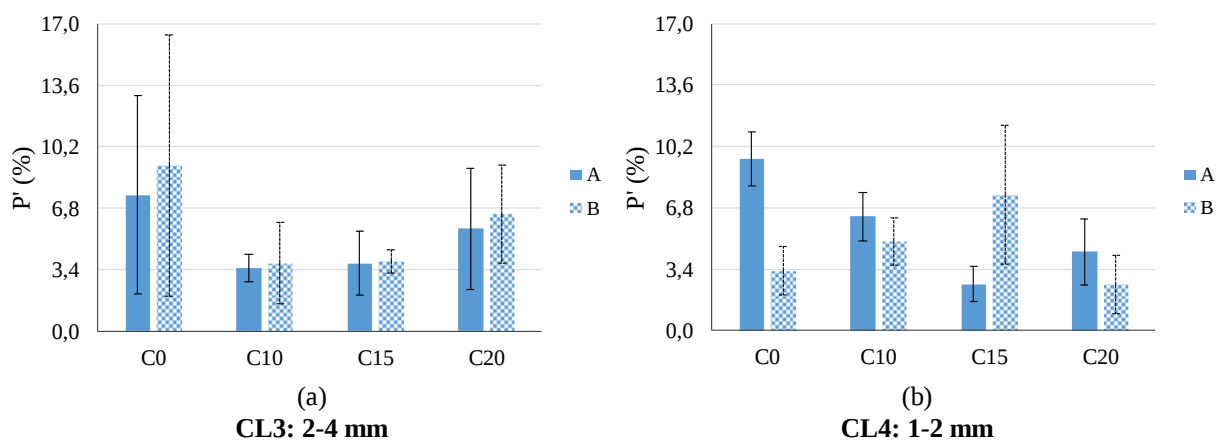
Até o presente momento, não foram encontrados na literatura resultados similares aos obtidos no estudo aqui realizado. Estes resultados representam, portanto, um avanço no entendimento de processos relacionados à agregação do solo devido à calagem. Por este motivo, notou-se a necessidade de investigar se maiores quantidades de Ca, nos menores agregados estáveis em água, afetam a sua estrutura. As dimensões do detector do μ TC-RS tornou possível o escaneamento de agregados justamente provenientes das classes de tamanho de interesse (CL3: 2-4 mm e CL4: 1-2 mm).

A caracterização via μ TC-RS do espaço poroso intra-agregados em termos da porosidade, número de poros, número de Euler, tortuosidade e dimensão fractal (definições na seção 4.2) são apresentadas nas Figuras 4.8-4.11.

Os tratamentos de calagem não afetaram a P' no caso dos maiores agregados (CL3), em nenhuma das camadas de solo (Figura 4.8a), apesar de um pequeno aumento na quantidade de Ca ter sido observado devido à calagem (C15 e C20) para CL3 na camada A (Figura 4.6a). No entanto, a calagem promoveu uma redução na P' dos menores agregados (CL4) na camada A, com valor mínimo de P' para C15 (Figura 4.8b). Considerando que a única alteração relevante observada na composição elementar dos agregados pertencentes a CL4 foi associada ao Ca, na camada A (Figura 4.6a), isso pode ter colaborado para torná-los mais densos nos casos de C10, C15 e C20 em comparação com C0 (Figura 4.8b).

A redução em P' descrita para agregados da classe CL4 na camada A, devido à calagem, contrasta com o aumento em P' observado, também devido à calagem, para as amostras de monólitos do solo (Figura 3.6; FERREIRA et al., 2018b). A maioria dos estudos referentes aos efeitos da calagem em monólitos relatam de fato um aumento na porosidade com o emprego desta prática (HAYNES; NAIDU, 1998; AULER et al., 2017). Entretanto, há que se considerar que a estrutura de poros é altamente dependente da escala de análise, isto é, a escala dos monólitos é diferente da escala de agregados do solo (ZHOU; MOONEY; PENG, 2017). Na literatura, poucas investigações são encontradas a respeito de efeitos da calagem no sistema de poros de agregados, algumas das quais mostram certa concordância com os resultados apresentados neste trabalho, enquanto outras mostram tendências opostas (WANG et al., 2017; NAVEED et al., 2014).

Figura 4.8 Porosidade (P') determinada via μ TC-SR, a partir de imagens com tamanho de voxel de 1,64 μ m, para agregados com diâmetros de (a) CL3: 2-4 mm e (b) CL4: 1-2 mm para C0, C10, C15 e C20, nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: A autora.

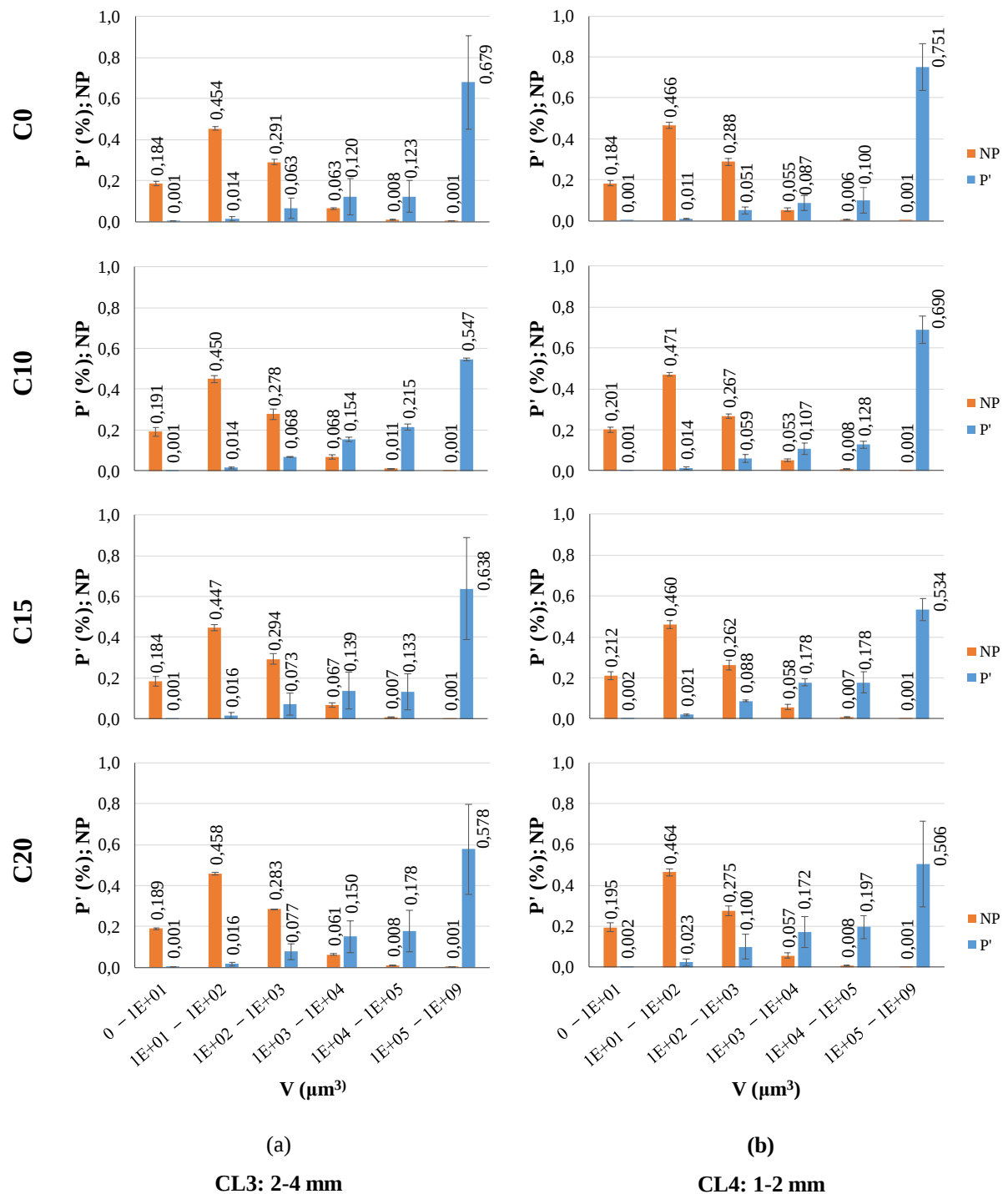
No que se refere a diferentes tamanhos de agregados, Wang et al. (2017) demonstraram que a calagem do solo é mais impactante sobre o tamanho e a morfologia de macroporos em agregados de menor tamanho, o que leva a uma diminuição da eficiência do fluxo de ar no seu interior. De fato, o fluxo de ar é limitado pela redução em P' , conforme observado para agregados de CL4 na camada A (Figura 4.8b). Por outro lado, Naveed et al. (2014) examinaram agregados naturais (8-16 mm de diâmetro) de solos empregados para cultivar diferentes culturas, sendo um deles submetido à calagem, usando um microtomógrafo industrial com resolução de 30 μm ; estes autores verificaram que, entre os tratamentos considerados, os agregados provenientes do solo com calcário eram mais porosos.

Uma vez que P' não variou na camada B, para nenhuma das classes de tamanho de agregados (Figura 4.8), provavelmente devido à ineficácia da calagem nessa profundidade (Tabela 2.3, Figura 4.6), a distribuição de P' e NP, em função de intervalos de volume para cada tratamento, é apresentada somente para a camada A (Figura 4.9). Nota-se que a distribuição de NP não variou entre os tratamentos considerando ambas as classes de tamanho de agregados (Figura 4.9). Em todos os casos, o valor mais alto de NP ocorreu para poros com volumes contidos no intervalo de 10-100 μm^3 .

Apesar da distribuição de P' não ter variado expressivamente entre tratamentos para CL3 (Figura 4.9a), verificou-se uma variação interessante deste parâmetro para CL4 (Figura 4.9b). No último caso, nota-se que a contribuição de poros contidos no intervalo de maiores volumes (10^5 - $10^9 \mu\text{m}^3$) diminuiu de C0 para C15, enquanto a contribuição de poros contidos em intervalos de volume inferior aumentou. Isso significa que, com uma dose de 15 t ha^{-1} de calcário, poros maiores (em termos de volume) foram substituídos por poros menores em agregados da classe CL4.

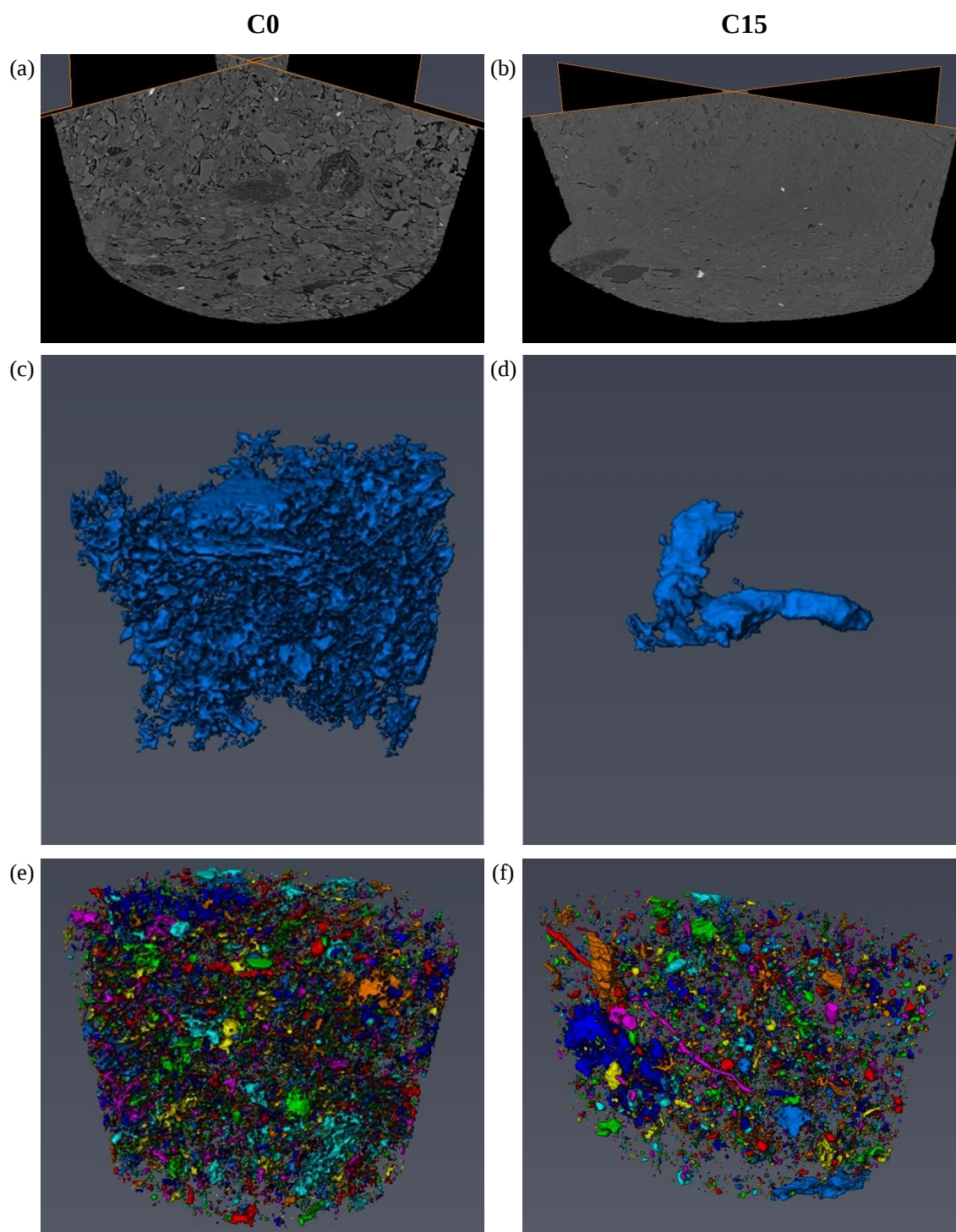
De fato, as Figuras 4.10a e 4.10b mostram que no caso de CL4, na camada A, os agregados provenientes de C0 possuem uma estrutura mais porosa do que os agregados provenientes de C15, em acordo com a Figura 4.8b. O poro mais volumoso identificado para C0 é claramente maior do que o poro mais volumoso identificado para C15 (Figuras 4.10c e 4.10d), em acordo com a alteração observada na distribuição da P' (Figura 4.9b). Além disso, a partir das Figuras 4.10e e 4.10f, que mostram a rede de poros isolados (excluindo o poro mais volumoso apresentado nas Figuras 4.10c e 4.10d), é possível visualizar uma estrutura mais densa para C15 em comparação com C0. É importante ressaltar que, por serem menos porosos e consistirem, em geral, de poros menores em termos de volume, os agregados da classe CL4, na camada A, provenientes de C15 tendem a reter a água mais fortemente do que os agregados provenientes de C0 (KUTILEK; NIELSEN, 1994; HILLEL et al., 2004).

Figura 4.9 Distribuição normalizada da porosidade (P') e número de poros (NP) em função de intervalos de volume, considerando agregados com diâmetros de (a) CL3: 2-4 mm e (b) CL4: 1-2 mm da camada A (0-10 cm) para C0, C10, C15 e C20. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: A autora.

Figura 4.10 (a,b) Seções transversais, (c,d) poro mais volumoso e (e,f) espaço poroso sem o poro mais volumoso, em que as diferentes cores representam poros isolados nas imagens de μ TC-RS de agregados com diâmetro de 1-2 mm, na camada A (0-10 cm) do solo, para C0 e C15.



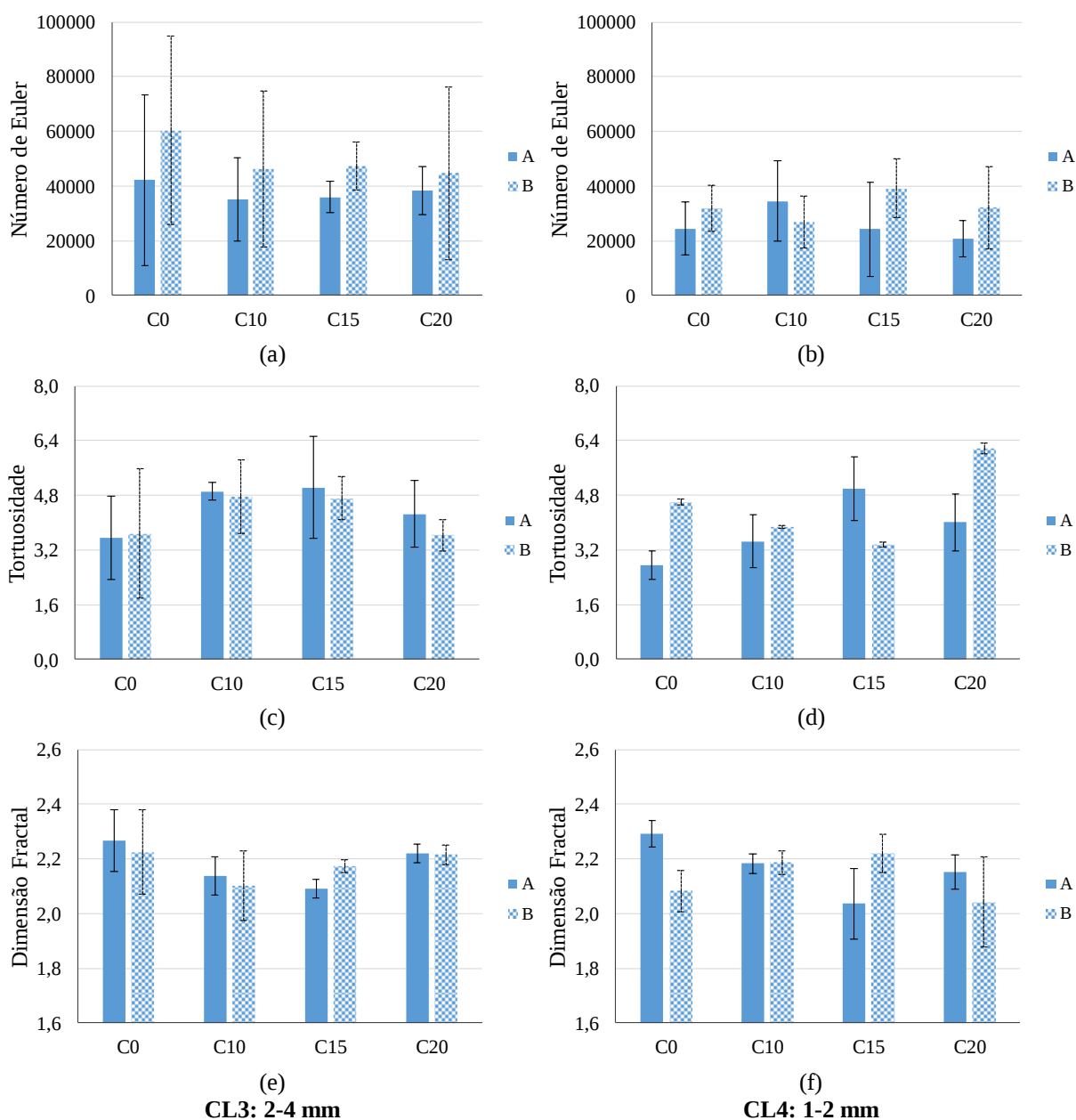
Fonte: A autora.

Nota-se a partir das Figuras 4.11a e 4.11b que a conectividade dos poros não foi alterada pela calagem para nenhuma das classes de tamanho de agregados em nenhuma das camadas de solo. Isto sugere que a menor contribuição de poros mais volumosos (10^5 - $10^9 \mu\text{m}^3$) identificados para C15 em comparação com C0 (Figuras 4.9b, 4.10c e 4.10d), no caso de agregados da classe CL4 na camada A, não foi relevante para a avaliação da conectividade do espaço poroso como um todo. De acordo com Lehmann et al. (2006), o número de Euler é negativo para redes altamente conectadas e positivo para um conjunto de elementos isolados. Portanto, devido ao fato de que o sistema poroso dos agregados é constituído de uma grande quantidade de poros pequenos e isolados (Figuras 4.9, 4.10e e 4.10f), o grau de conectividade encontrado é baixo (valores positivos) em todos os casos (Figuras 4.11a e 4.11b).

A tortuosidade dos poros também não foi alterada para os maiores agregados (CL3) em nenhuma das camadas de solo (Figura 4.11c). No entanto, a tortuosidade alcançou um valor máximo para C15 no caso dos menores agregados (CL4), na camada A (Figura 4.11d). Portanto, em conjunto com a menor P' e menor contribuição de poros mais volumosos (10^5 - $10^9 \mu\text{m}$), identificados em agregados de CL4 para C15 na camada A (Figuras 4.8b, 4.9b, 4.10c e 4.10d), a maior tortuosidade (Figura 4.11d) pode ser associada a um transporte de fluidos menos favorável através do espaço poroso intra-agregados. Peth et al. (2008) realizaram uma interpretação similar envolvendo agregados de solos sob diferentes sistemas de manejo. Em contrapartida, na camada B, a tortuosidade sofreu um comportamento inverso (Figura 4.11d), o que não pode ser interpretado como um resultado da calagem do solo, uma vez que este procedimento não foi eficiente em tal profundidade (Tabela 2.3, Figura 4.6).

As Figuras 4.11e e 4.11f mostram que houve uma redução na dimensão fractal devido à calagem, destacando-se C15 para agregados de CL3 na camada A (Figura 4.11e) e todas as doses de calcário (C10, C15 e C20) para agregados de CL4 na mesma camada (Figura 4.11f). A menor dimensão fractal verificada para agregados provenientes do solo com calagem indica que, nesse caso, a estrutura porosa se tornou mais homogênea. Uma representação de tal homogeneização estrutural pode ser visualizada nas Figuras 4.10a e 4.10b. Conforme descrito anteriormente, verificou-se que os agregados de C0 na classe CL4, na camada A, eram constituídos de uma proporção maior de poros mais volumosos em comparação com C15 (Figura 4.9b). A superfície desses poros é de fato naturalmente menos regular e consequentemente mais complexa do que a superfície de poros pequenos e isolados.

Figura 4.11 Número de Euler, tortuosidade e dimensão fractal determinados via μ TC-SR, a partir de imagens com resolução espacial de 1,64 μ m, para agregados com diâmetros de (a,c,e) CL3: 2-4 mm e (b,d,f) CL4: 1-2 mm para C0, C10, C15 e C20 nas camadas A (0-10 cm) e B (10-20 cm) do solo. Barras verticais representam o desvio padrão para três repetições.



Fonte: A autora.

A partir de análises de dimensão fractal superficial, Muñoz; Martínez e Caniego (2014) demonstraram maior irregularidade superficial de poros para amostras de solo sem perturbação (vegetação natural) em comparação com amostras sob plantio convencional. Esses autores também usaram a dimensão fractal volumétrica e dimensão fractal da distribuição de poros para mostrar que amostras provenientes do solo sem perturbação eram mais heterogêneas que amostras provenientes do solo sob plantio convencional devido ao maior número de macroporos no primeiro caso.

Na camada A, traçando-se uma comparação com C0, todas as propriedades estudadas foram mais fortemente influenciadas por C15 do que por C10 e C20. Isto pode ser observado a partir das seguintes características observadas para C15 na camada A: maior valor de DMP (Figura 4.5), menor P' para CL4 (Figura 4.8b), mudança mais expressiva na distribuição da P' para CL4 (Figura 4.9b), maior tortuosidade de poros para CL4 (Figura 4.11d) e menor dimensão fractal para ambas as classes de tamanho de agregados (Figuras 4.11e e 4.11f). A concordância entre os resultados mencionados sugere que a dose de 15 t ha^{-1} é suficiente para maximizar os efeitos físicos da calagem em agregados do solo.

Conclusões

1. A calagem superficial aumentou o diâmetro médio ponderado de agregados na camada A (0-10 cm), aumentando, assim, a agregação do solo, mas não influenciou este parâmetro na camada B (10-20 cm).
2. O elemento cálcio (Ca) foi identificado por análises de FRX em agregados com diâmetros variando de 0,053 a 2 mm, selecionados pelo método do peneiramento úmido, para todos os tratamentos (C0, C10, C15 e C20) e ambas as camadas. A porcentagem de Ca nesses agregados aumentou progressivamente com as doses de calcário na camada A, onde os agregados com diâmetro equivalente de 2-4 mm para C15 e C20 e de 4-19 mm, somente para C20, também passaram a apresentar uma baixa quantidade de Ca em sua composição elementar.
3. As propriedades micromorfológicas e geométricas do solo, analisadas via imagens 3D de $\mu\text{TC-RS}$, considerando agregados com tamanhos de 2-4 mm (CL3) e 1-2 mm (CL4), foram em geral mais fortemente influenciados pela calagem no caso dos menores agregados.
4. Na camada A, a calagem foi associada a uma redução na porosidade e aumento na tortuosidade de poros para agregados de CL4, prejudicando a eficiência do fluxo de ar e água. A conectividade de poros não foi afetada pela calagem em nenhuma das classes de tamanho de agregados para nenhuma das camadas de solo.
5. A calagem reduziu a dimensão fractal em agregados de CL3 e CL4, na camada A, promovendo assim maior homogeneidade do espaço poroso intra-agregados. Estes resultados foram corroborados pelo fato de que poros maiores, em termos de volume, foram substituídos por poros menores em agregados de CL4. Análises quantitativas da distribuição da porosidade em função de intervalos de volume e qualitativas pela

visualização de fatias transversais em escala de cinza de imagens de μ TC-RS foram utilizadas para corroborar esses resultados.

6. A dose intermediária de 15 t ha⁻¹ de calcário foi, de maneira geral, suficiente para maximizar os efeitos da calagem em agregados do solo.

Referências

- AULER, A. C. et al. Effects of surface-applied and soil-incorporated lime on some physical attributes of a Dystrudept soil. **Soil Use and Management**, v. 33, n. 1, p. 129–140, 2017.
- BRIEDIS, C. et al. Soil organic matter pools and carbon-protection mechanisms in aggregate classes influenced by surface liming in a no-till system. **Geoderma**, v. 170, p. 80–88, 2012.
- BRONICK, C. J.; LAL, R. Soil structure and management: a review. **Geoderma**, v. 124, n. 1–2, p. 3–22, 2005.
- BUADES, A.; COLL, B.; MOREL, J. M. A non-local algorithm for image denoising. In: Proceedings of the IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition 2005, San Diego, CA. **Anais**: San Diego, CA: IEEE Comput. Soc., 2005.
- CARMEIS FILHO, A. C. A. et al. Impact of Amendments on the Physical Properties of Soil under Tropical Long-Term No Till Conditions. **PLOS ONE**, v. 11, n. 12, p. e0167564, 2016.
- CASTRO FILHO, C.; MUZILLI, O.; PODANOSCHI, A. L. Estabilidade dos agregados e sua relação com o teor de carbono orgânico num latossolo roxo distrófico, em função de sistemas de plantio, rotações de culturas e métodos de preparo das amostras. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 22, n. 3, p. 527–538, 1998.
- CHAKRABORTI, R. K. et al. Changes in fractal dimension during aggregation. **Water Research**, v. 37, n. 4, p. 873–883, 2003.
- CHAN, K. Y.; HEENAN, D. P. Lime-induced loss of soil organic carbon and effect on aggregate stability. **Soil Science Society of America Journal**, v. 63, n. 6, p. 1841, 1999.
- DEXTER, A. R. Advances in characterization of soil structure. **Soil and Tillage Research**, v. 11, n. 3–4, p. 199–238, 1988.
- FEI, 2017. **Fractal Dimension Quantification; Non Local Means Filter Processing**. Disponível em: <<http://developer97.openinventor.com/APIS/RefManJava/allclasses-noframe.html>>
- FERREIRA, T. R. et al. Surface liming effects on soil radiation attenuation properties. **Journal of Soils and Sediments**, v. 18, n. 4, p. 1641–1653, 2018.a.
- FERREIRA, T. R. et al. X-ray microtomography analysis of lime application effects on soil porous system. **Geoderma**, v. 324, n. 15, p. 119–130, 2018.b.
- HAYNES, R. J.; NAIDU, R. Influence of lime, fertilizer and manure applications on soil organic matter content and soil physical conditions: a review. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, v. 51, n. 2, p. 123–137, 1998.

HILLEL, D. Soil Structure and Aggregation. In: **Introduction to Environmental Soil Physics**. Burlington, Massachusetts, USA: Elsevier Academic Press, 2004. p. 73–89.

HOLLAND, J. E. et al. Liming impacts on soils, crops and biodiversity in the UK: A review. **Science of The Total Environment**, v. 610–611, p. 316–332, 2018.

HORN, R. Aggregate characterization as compared to soil bulk properties. **Soil and Tillage Research**, v. 17, n. 3–4, p. 265–289, 1990.

IASSONOV, P.; GEBRENEGUS, T.; TULLER, M. Segmentation of X-ray computed tomography images of porous materials: A crucial step for characterization and quantitative analysis of pore structures. **Water Resources Research**, v. 45, n. 9, 2009.

KATUWAL, S. et al. Combining X-ray Computed Tomography and Visible Near-Infrared Spectroscopy for Prediction of Soil Structural Properties. **Vadose Zone Journal**, v. 0, n. 0, p. 0, 2017.

KUTÍLEK, M. Soil hydraulic properties as related to soil structure. **Soil and Tillage Research**, v. 79, n. 2, p. 175–184, 2004.

KUTILEK, M.; JENDELE, L.; PANAYIOTOPOULOS, K. The influence of uniaxial compression upon pore size distribution in bi-modal soils. **Soil and Tillage Research**, v. 86, n. 1, p. 27–37, 2006.

KUTILEK, M.; NIELSEN, D. R. **Soil Hydrology**. Cremlingen: Margot Rohdenburg, Catena Verlag, 1994.

LEHMANN, P. et al. Tomographical imaging and mathematical description of porous media used for the prediction of fluid distribution. **Vadose Zone Journal**, v. 5, p. 80–97, 2006.

MARTÍNEZ, F. S. J. et al. Soil aggregate geometry: Measurements and morphology. **Geoderma**, v. 237–238, p. 36–48, 2015.

MUÑOZ, F. J.; MARTÍNEZ, F. S. J.; CANIEGO, F. J. Fractal Parameters of Pore Space from CT Images of Soils Under Contrasting Management Practices. **Fractals**, v. 22, n. 3, p. 1440011, 2014.

NAVEED, M. et al. Pore Structure of Natural and Regenerated Soil Aggregates: An X-Ray Computed Tomography Analysis. **Soil Science Society of America Journal**, v. 78, p. 377–386, 2014.

NGOM, N. F. et al. Extraction of three-dimensional soil pore space from microtomography images using a geometrical approach. **Geoderma**, v. 163, n. 1–2, p. 127–134, 2011.

NIMMO, J. R.; PERKINS, K. S. Aggregate Stability and Size Distribution. In: DANE, J. H.; TOPP, G. C. (Eds.). **Methods of Soil Analysis. Part 4: Physical Methods**. Madison, Wisconsin: Soil Science Society of America, 2002. p. 317–328.

PASSONI, S. et al. Three dimensional characterization of soil macroporosity by x-ray microtomography. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 2, p. 448–457, 2015.

PETH, S. et al. Three-Dimensional Quantification of Intra-Aggregate Pore-Space Features

using Synchrotron-Radiation-Based Microtomography. **Soil Science Society of America Journal**, v. 72, n. 4, p. 897, 2008.

PETH, S. Applications of Microtomography in Soils and Sediments. In: SINGH, B.; GRÄFE, M. (Eds.). **Synchrotron-Based Techniques in Soils and Sediments**. 1st. ed. Elsevier, 2010. v. 34p. 73–101.

PETH, S. et al. Localization of soil organic matter in soil aggregates using synchrotron-based X-ray microtomography. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 78, p. 189–194, 2014.

PIRES, L. et al. Soil structure changes induced by tillage systems. **Soil and Tillage Research**, v. 165, p. 66–79, 2017.

RABOT, E. et al. Soil structure as an indicator of soil functions: A review. **Geoderma**, v. 314, p. 122–137, 2018.

REGELINK, I. C. et al. Linkages between aggregate formation, porosity and soil chemical properties. **Geoderma**, v. 247–248, p. 24–37, 2015.

SCHLÜTER, S. et al. Image processing of multiphase images obtained via X-ray microtomography: A review. **Water Resources Research**, v. 50, n. 4, p. 3615–3639, 2014.

SCHMITT, M. et al. Fractal Dimension: an Indicator to Characterize the Microstructure of Shale and Tight Gas Sands Considering Distinct Techniques and Phenomena. In: International Symposium of The Society of Core Analysts 2016, Snowmass, Colorado, USA. **Anais**. Snowmass, Colorado, USA: Society of Core Analysts, 2016.

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.

TSENG, C. L.; ALVES, M. C.; CRESTANA, S. Quantifying physical and structural soil properties using X-ray microtomography. **Geoderma**, v. 318, p. 78–87, 2018.

VINCENT, L.; SOILLE, P. Watersheds in digital spaces: an efficient algorithm based on immersion simulations. **IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence**, v. 13, n. 6, p. 583–598, 1991.

WANG, W. et al. Intra-aggregate Pore Characteristics: X-ray Computed Microtomography Analysis. **Soil Science Society of America Journal**, v. 76, n. 4, p. 1159, 2012.

WANG, Y. et al. Effects of aggregate size on the compressibility and air permeability of lime-treated fine-grained soil. **Engineering Geology**, v. 228, p. 167–172, 2017.

WILDENSCHILD, D.; SHEPPARD, A. P. X-ray imaging and analysis techniques for quantifying pore-scale structure and processes in subsurface porous medium systems. **Advances in Water Resources**, v. 51, p. 217–246, 2013.

YODER, R. E. A Direct Method of Aggregate Analysis of Soils and a Study of the Physical Nature of Erosion Losses. **Agronomy Journal**, v. 28, n. 5, p. 337, 1936.

ZHOU, H. et al. Effects of vegetation restoration on soil aggregate microstructure quantified with synchrotron-based micro-computed tomography. **Soil and Tillage Research**, v. 124, p.

17–23, 2012.

ZHOU, H. et al. Effects of organic and inorganic fertilization on soil aggregation in an Ultisol as characterized by synchrotron based X-ray micro-computed tomography. **Geoderma**, v. 195–196, p. 23–30, 2013.

ZHOU, H.; MOONEY, S. J.; PENG, X. Bimodal Soil Pore Structure Investigated by a Combined Soil Water Retention Curve and X-Ray Computed Tomography Approach. **Soil Science Society of America Journal**, v. 0, n. 0, p. 0, 2017.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

No Capítulo 2, verificou-se que a calagem foi eficiente para melhorar os atributos químicos do solo, os quais se tornaram mais adequados à agricultura para a dose de calcário intermediária de 15 t ha^{-1} do que para a dose máxima de 20 t ha^{-1} . A redução da acidez do solo concentrou-se em sua camada superficial. No mesmo capítulo, constatou-se que, na camada superficial, ocorreram modificações na composição química elementar do solo devido à calagem e que tais modificações foram responsáveis por promover um aumento nas seguintes propriedades de interação da radiação com o solo: coeficiente de atenuação de massa, seções de choque atômica e eletrônica, número atômico efetivo e densidade eletrônica. Essas modificações foram relevantes para a determinação de propriedades físicas do solo, como a densidade e porosidade, quando a energia de fóton do ^{241}Am foi considerada. A implementação do SPD não foi um fator determinante para os atributos químicos do solo e as propriedades de interação da radiação com o solo em nenhuma das camadas avaliadas.

No capítulo 3, os resultados quantitativos e qualitativos baseados em imagens 3D de μTC mostraram que a calagem superficial em SPD causou efeitos positivos na estrutura de monólitos do solo. Como evidências de tais efeitos, a calagem aumentou a porosidade do solo na camada superficial e proporcionou um maior volume de poros com menor número de poros isolados na camada A (0-10 cm) em comparação com a camada B (10-20 cm). Além disso, verificou-se que a calagem alterou o padrão de formação de poros, considerando os poros resultantes de um procedimento de separação do poro principal, favorecendo a formação de poros cilíndricos orientados horizontalmente, em ambas as camadas avaliadas. Poros residuais mais curtos, menos alongados e menos conectados também foram identificados como consequência da calagem. A implementação do SPD causou aumento da P' e NP na camada B e tornou os poros resultantes da separação do poro principal mais curtos e menos conectados, favorecendo a formação de aglomerados de poros sem orientação preferencial, principalmente na camada A.

No capítulo 4, mostrou-se que a calagem aumentou o DMP de agregados na camada A do solo, melhorando a sua agregação. No entanto, os resultados quantitativos e qualitativos baseados em imagens 3D de $\mu\text{TC-RS}$ mostraram que a calagem superficial em SPD causou efeitos negativos na estrutura dos menores agregados do solo considerados para o estudo (1-2 mm de diâmetro). Nesses agregados, a porcentagem de Ca aumentou progressivamente com as doses de calcário na camada A, nos quais as doses de calcário também reduziram a P' e aumentaram a tortuosidade dos poros, limitando a eficiência do fluxo de ar e água. A calagem

reduziu também a dimensão fractal em agregados de ambos os tamanhos estudados (2-4 e 1-2 mm), promovendo assim uma maior homogeneidade do espaço poroso intra-agregados. Tal resultado foi corroborado pelo fato de que poros maiores, em termos de volume, foram substituídos por poros menores no caso dos agregados de 1-2 mm.

Em geral, as técnicas de μ TC e μ TC-RS forneceram informações importantes a respeito das modificações causadas na estrutura do solo devido à calagem superficial. Tais informações não são acessíveis por métodos tradicionais de análise e representam um avanço no entendimento de efeitos secundários de uma prática comumente aplicada na agricultura.

TRABALHOS FUTUROS

Pretende-se complementar a caracterização do solo investigado no presente trabalho de tese a partir da:

- a. Análise detalhada dos efeitos da calagem sobre a curva de retenção de água no solo e curva de distribuição de poros em termos de tamanho, geradas a partir da aplicação dos potenciais mátricos de -10, -30, -60, -80, -100, -300, -500, -700, -1000, -4000, -7000 cm H₂O, com ajuste matemático dos dados por meio de uma função do tipo Spline Cúbica.
- b. Análise dos efeitos da calagem sobre a mineralogia do solo, para amostras de terra fina seca ao ar e da fração argila do solo. Para isso, foram realizadas medidas de difração de raios X, as quais devem ser submetidas ao refinamento pelo método de Rietveld.