

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: FÍSICA

VICTOR AKIO YANAGUISAWA

ANÁLISE MINERALÓGICA, CORRELAÇÕES E IMPLICAÇÕES NA FORMAÇÃO DE
NEOSSOLOS DE UMA TOPOSSEQUÊNCIA

PONTA GROSSA

2025

VICTOR AKIO YANAGUISAWA

ANÁLISE MINERALÓGICA, CORRELAÇÕES E IMPLICAÇÕES NA FORMAÇÃO DE
NEOSSOLOS DE UMA TOPOSSEQUÊNCIA

Tese apresentada para obtenção do título de doutor na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Programa de Pós-Graduação em Ciências, área de concentração: Física.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti

PONTA GROSSA

2025

Y21 Yanaguisawa, Victor Akio
Análise mineralógica, correlações e implicações na formação de Neossolos de uma topossequência / Victor Akio Yanaguisawa. Ponta Grossa, 2025.
146 f.

Tese (Doutorado em Ciências - Área de Concentração: Física), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti.

1. Classificação textural. 2. Composição química elementar. 3. Quantificação mineral. 4. Análise estatística. 5. Análise microscópica. I. Brinatti, André Maurício. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Física. III.T.

CDD: 530.1

TERMO DE APROVAÇÃO

VICTOR AKIO YANAGUISAWA

ANÁLISE MINERALÓGICA, CORRELAÇÕES E IMPLICAÇÕES NA FORMAÇÃO DE NEOSSOLOS DE UMA TOPOSSEQUÊNCIA

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

Documento assinado digitalmente
 ANDRE MAURICIO BRINATTI
Data: 05/02/2025 19:06:50-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientador

Dr. André Maurício Brinatti – UEPG –
Titular/Presidente

Dr. Aloisi Somer – UEPG – Titular

Dr. Isonel Sandino Meneguzzo – UEPG – Titular

Documento assinado digitalmente
 ANTONIO CARLOS DE AZEVEDO
Data: 06/02/2025 16:00:04-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Antonio Carlos de Azevedo – USP – Titular

Documento assinado digitalmente
 RICARDO YOSHIMITSU MIYAHARA
Data: 07/02/2025 10:20:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Ricardo Yoshimitsu Miyahara – UNICENTRO – Titular

Ponta Grossa, 05 de fevereiro de 2025.

AGRADECIMENTOS

À minha princesa samurai, Helena Akemi, e à amada Renata.

Ao Grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais (FASCA), aos membros e ex-membros, de quem guardo lembranças dos momentos em que fui ajudado e, principalmente, aos professores Dr. André Maurício Brinatti, Dr. Luiz Fernando Pires e Dr. Sérgio da Costa Saab, que são os pilares do grupo, e ao Dr. Fabio Augusto Meira Cássaro *in memoriam*, cuja memória e legado continuam a inspirar todos os que tiveram a chance de conhecê-lo.

Aos outros professores da UEPG que me ajudaram em algum momento e aos colaboradores do Departamento de Física, que sempre me atenderam com toda atenção quando precisei.

À professora Vladia Correchel, do Grupo de Pesquisa de Física Aplicada à Conservação do Solo da UFG, que permitiu a realização e finalização dos meus trabalhos, contribuindo de forma direta em diversos aspectos desta tese.

Ao professor Eder, que contribuiu diversas vezes desde o meu mestrado, principalmente na área de química, dando sugestões e ideias para explorar ainda mais meus estudos, além de permitir o uso do espaço do GPMFE sempre que foi necessário.

Aos professores e amigos da UEM, de quem sempre lembro em algum momento. Sou grato também à professora Kelly e ao professor Batista, que me permitiram exercer atividades de docência, tanto no estágio supervisionado quanto na função de professor dos cursos de Engenharia na UniFATEB, proporcionando uma grande oportunidade de aprendizado.

Ao Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-Labmu) da UEPG, que permitiu a realização de diversas análises para meus trabalhos, com um agradecimento especial a Rachel, Ana Mary, Silvio, Virgínia, Cristiane Erdmann, Cristiane, Vanessa e Hudson.

À CAPES, pelo auxílio financeiro, que me permitiu dedicar ao estudo.

À banca examinadora, pela disponibilidade de avaliar o meu trabalho.

Ao professor Luiz Fernando Pires, pela ajuda constante em todos os momentos. Um verdadeiro exemplo de professor e pesquisador, sempre dedicado e caprichoso, como relatado por muitos outros alunos.

E, principalmente, ao professor André Maurício Brinatti, pela paciência, dedicação, sabedoria, carinho, compreensão e orientação. Pretendo carregar para sempre tudo o que aprendi com ele, que foi parte essencial da minha jornada e da minha vida. O esforço que faço para atuar como professor vem do seu exemplo.

RESUMO

Uma topossequência representa uma sequência de solos desenvolvidos ao longo de diferentes posições topográficas da paisagem, sendo que as propriedades dos solos que a compõem são influenciadas principalmente pela topografia. E os Neossolos são solos com pouco desenvolvimento pedogenético e possuem atributos que os tornam mais suscetíveis ao processo de degradação, como a erosão, especialmente em áreas de relevo acidentado. Este trabalho teve como objeto de estudo uma topossequência de Neossolos localizada em Baliza-GO, composta por três perfis de solo classificados como Neossolo Quartzarênico e Neossolo Litólico e Neossolo Flúvico. No estudo procurou-se responder sobre as possíveis correlações e implicações da mineralogia dos solos envolvidos na topossequência devido aos processos de degradação. Teve como hipótese que as propriedades físicas, químicas, mineralógicas e microscópicas dos Neossolos refletem as interações entre os diferentes perfis e horizontes ao longo da paisagem, influenciadas pelo transporte de sedimentos e pelos processos de intemperismo. Foram realizadas análises físicas, químicas, mineralógicas, microscópicas e estatísticas para caracterizar as amostras e compreender suas propriedades ao longo da topossequência. As técnicas de análise incluíram picnometria a gás He, análise granulométrica, fracionamento físico, espalhamento dinâmico de luz, fluorescência de raios X, espectroscopia no infravermelho, difração de raios X e uso do Método de Rietveld, microscopia eletrônica de varredura e determinação dos índices de intemperismo estimados. Para interpretação dos dados, foram realizadas análises estatísticas, como ANOVA, teste de Tukey e correlação de Pearson, permitindo avaliar diferenças significativas entre os horizontes de cada perfil do solo e entre os perfis e identificar correlações entre suas propriedades. Com base neste estudo, foi possível verificar que as próprias propriedades físicas, químicas, mineralógicas e microscópicas de cada perfil, implicam e correlacionam propriedades entre os horizontes subjacentes de cada perfil e entre os perfis adjacentes da topossequência.

Palavras-chave: classificação textural; composição química elementar; quantificação mineral; análise estatística; análise microscópica.

ABSTRACT

A toposequence represents a sequence of soils developed throughout different topographic positions in the landscape and the properties of the soils they are made of are mainly influenced by the topography. Neosols show little genetic development and present features that make them more susceptible to degradation processes such as erosion, mainly in areas of rugged landscape. This study aimed at investigating a toposequence of Neosols located in Baliza -GO, presenting three soil profiles classified as Quartzarenic Neosol, Litholic Neosol, and Fluvic Neosol. The study sought to identify possible correlations and implications of the mineralogy of the soils involved in that toposequence due to degradation processes. The hypothesis tested is that the physical, chemical, mineral and micromorphological properties of the Neosols result from interactions between the different profiles and horizons throughout the landscape, influenced by the transport of sediments and weathering processes. The tests carried out included physical, chemical, mineral, micromorphological, and statistical analyses to characterize the samples and understand their properties throughout the toposequence. The analysis techniques included He gas pycnometry, granulometric analysis, physical fractioning, dynamic light scattering, X-ray fluorescence, infrared spectrometry, X-ray diffraction, and the Rietveld Method, scanning electron microscopy, and determination of the estimated weathering indices. Data was interpreted by means of statistical analyses such as ANOVA, Tukey test, and Pearson correlation, which allowed the evaluation of significant differences between the horizons of each soil profile and between profiles and the identification of correlations between their properties. Based on the results, were possible to verify that the physical, chemical, mineral, and micromorphological properties of each profile, imply and correlate properties between the subjacent horizons of each profile and the toposequence adjacent profiles

Keywords: textural classification; elemental chemical composition; mineral quantification; statistical analysis; microscopic analysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Esquematização do processo de emissão da energia característica da fluorescência de raios X.	30
Figura 4.1 – Fluxograma das análises realizadas na presente tese e trabalhos anteriores relacionados.	40
Figura 4.2 – Localização da topossequência dos Neossolos	41
Figura 4.3 – Localização do Neossolo Quartzarênico na cabeceira da voçoroca.....	42
Figura 4.4 – Localização do Neossolo Litólico, dentro da APP na cabeceira da voçoroca.....	42
Figura 4.5 – Localização do Neossolo Flúvico, ao fim da topossequência.....	43
Figura 5.1 – Amostras de TFSA dos perfis RQ, RL e RY pertencentes à mesma topossequência, organizadas em ordem decrescente de altitude: RQ, RL e RY.	50
Figura 5.2 – Comparação da densidade de partículas de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral.....	51
Figura 5.3 – Comparação do teor de Areia Total, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral.	54
Figura 5.4 – Comparação de forma geral dos teores de areia fracionada, em porcentagem de massa em relação à TFSA, entre os perfis RQ, RL e RY, nos intervalos de tamanho de partículas: a) 2-1 mm, b) 1-0,25 mm, c) 0,25-0,053 mm, usando boxplots.	56
Figura 5.5 – Comparação do teor de silte, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral.	58
Figura 5.6 – Comparação do teor de argila, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral.	60
Figura 5.7 – Classificação textural dos horizontes no triângulo textural, conforme SBCS.	61
Figura 5.8 – Comparação da composição química do elemento Si da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	67
Figura 5.9 – Comparação da composição química do elemento Al da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	68
Figura 5.10 – Comparação da composição química do elemento Fe da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	68
Figura 5.11 – Comparação da composição química do elemento K da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	69
Figura 5.12 – Comparação da composição química do elemento Ti da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	69
Figura 5.13 – Comparação da composição química do elemento S da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.....	70
Figura 5.14 – Comparação da composição química do elemento Si da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	72
Figura 5.15 – Comparação da composição química do elemento Al da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	73
Figura 5.16 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	73
Figura 5.17 – Comparação da composição química do elemento K da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	74

Figura 5.18 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	74
Figura 5.19 – Comparação da composição química do elemento S da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.	75
Figura 5.20 – Comparação da composição química do elemento Si da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	76
Figura 5.21 – Comparação da composição química do elemento Al da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	77
Figura 5.22 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	77
Figura 5.23 – Comparação da composição química do elemento K da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	78
Figura 5.24 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	78
Figura 5.25 – Comparação da composição química do elemento S da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.	79
Figura 5.26 – Comparação da composição química do elemento Si da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	81
Figura 5.27 – Comparação da composição química do elemento Al da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	81
Figura 5.28 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	82
Figura 5.29 – Comparação da composição química do elemento K da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	82
Figura 5.30 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	83
Figura 5.31 – Comparação da composição química do elemento S da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	83
Figura 5.32 – Comparação da composição química do elemento Ca da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.	84
Figura 5.33 – Espectro FTIR da TFSA nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}	90
Figura 5.34 – Espectro FTIR da fração areia nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}	91
Figura 5.35 – Espectro FTIR da fração silte nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}	92
Figura 5.36 – Espectro FTIR da fração argila nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}	93
Figura 5.37 – Espectro FTIR da TFSA nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}	94
Figura 5.38 – Espectro FTIR da fração areia nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}	94
Figura 5.39 – Espectro FTIR da fração silte nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}	95
Figura 5.40 – Espectro FTIR da fração argila nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}	95
Figura 5.41 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da TFSA para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R	97

Figura 5.42 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração areia para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R.....	99
Figura 5.43 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração silte para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R.....	101
Figura 5.44 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração argila para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R.....	103
Figura 5.45 – Micrografia da fração argila do horizonte RQ A obtida por SEM-FEG: a) Vista geral da região principal; b) Ampliação da área destacada em a); c) Ampliação da área destacada em a); d) Ampliação da área destacada em c)	110
Figura 5.46 – Composição química da fração argila do horizonte RQ A, obtida na região destacada na Figura 5.45c, determinada por SEM-FEG	111
Figura 5.47 – Micrografia da fração argila do RQ AC: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de a).....	112
Figura 5.48 – Composição química da fração argila do RQ AC da região da Figura 5.46b determinada por SEM-FEG.....	113
Figura 5.49 – Micrografia da fração argila do RQ CA: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de b)	114
Figura 5.50 – Composição química da fração argila do RQ CA da região da Figura 5.48c determinada por SEM-FEG.....	115
Figura 5.51 – Micrografia da fração argila do RQ C1: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de b).....	116
Figura 5.52 – Composição química da fração argila do RQ C1 da região da Figura 5.50a determinada por SEM-FEG.....	117
Figura 5.53 – Micrografia da fração argila do RQ C2: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a).....	118
Figura 5.54 – Composição química da fração argila do RQ C2 da região da Figura 5.52b determinada por SEM-FEG.....	119
Figura 5.55 – Micrografia da fração argila do RL A: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de b).....	120
Figura 5.56 – Composição química da fração argila do RL A determinada por SEM-FEG ..	121
Figura 5.57 – Micrografia da fração argila do RL AC: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de a).....	122
Figura 5.58 – Composição química da fração argila do RL AC da região da Figura 5.56c determinada por SEM-FEG.....	123
Figura 5.59 – Micrografia da fração argila do RL C: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de b); d) Ampliação de b).....	124
Figura 5.60 – Composição química da fração argila do RL C da região da Figura 5.58d determinada por SEM-FEG.....	125
Figura 5.61 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RQ. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho	130
Figura 5.62 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RL. As correlações positivas estão representadas por	

	asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho	132
Figura 5.63 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RY. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho		134
Figura 5.64 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas dos perfis RQ, RL e RY. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho		136

LISTA DE QUADROS

Quadro 3.1 – Correlação dos Neossolos conforme a SiBCS com WRB/FAO e <i>Soil Taxonomy</i>	20
Quadro 3.2 – Informações dos minerais presentes nos Neossolos	25
Quadro 3.3 – Classificações mais utilizadas para a TFSA no Brasil, composta por areia muito grossa (AMG), areia grossa (AG), areia média (AM), areia fina (AF), areia muito fina (AMF), silte (Slt) e argila (Arg).....	28
Quadro 3.4 – Relação do índice de polidispersividade (PDI) com a classificação da suspensão em relação ao tamanho das partículas presentes	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 – Densidade de partículas, granulometria e classe textural conforme SBCS. O tamanho das partículas está em mm e a concentração em porcentagem de massa.	52
Tabela 5.2 – Porcentagem de tamanho de partículas da fração argila em intervalos de diâmetros, tamanho média das partículas, em μm , e índice de polidispersividade, em amostra de 10 mg preparada em 100 mL de água ultrapura.	63
Tabela 5.3 – Porcentagem de tamanho de partículas da fração argila em intervalos de diâmetros, tamanho média das partículas, em μm , e índice de polidispersividade, em amostra de 50 mg preparada em 100 mL de água ultrapura.	63
Tabela 5.4 – Composição química da TFSA determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.	67
Tabela 5.5 – Composição química da areia determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.	72
Tabela 5.6 – Composição química da fração silte determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.	76
Tabela 5.7 – Composição química da fração argila determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.	80
Tabela 5.8 – Composição química da TFSA determinada por WDXRF, em porcentagem de massa.	85
Tabela 5.9 – Concentração dos Al_2O_3 , SiO_2 e Fe_2O_3 em porcentagem de massa e os índices de intemperismo estimados por meio da EDXRF.	86
Tabela 5.10 – Concentração dos Al_2O_3 , SiO_2 e Fe_2O_3 em porcentagem de massa e os índices de intemperismo estimados por meio da WDXRF.	86
Tabela 5.11 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a TFSA dos perfis RQ, RL e RY.	105
Tabela 5.12 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração areia dos perfis RQ, RL e RY.	105
Tabela 5.13 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração silte dos perfis RQ, RL e RY.	106
Tabela 5.14 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração argila dos perfis RQ, RL e RY.	106
Tabela 5.15 – Relação Si/Al dos minerais.	113
Tabela 5.16 – Composição química determinada pelo SEM-FEG da fração argila das respectivas micrografias.	125
Tabela 5.17 – Relação entre os horizontes superficiais HS e os horizontes de maior profundidade HP.	126

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Al	Alumínio
ANOVA	Análise de Variância
APP	Área de Preservação Permanente
Ca	Cálcio
Cal	Calcita
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CIF	<i>Crystallographic Information File</i>
C-Labmu	Complexo de Laboratórios de Multiusuários
DLS	<i>Dynamic Light Scattering</i> (Espalhamento Dinâmico de Luz)
EDXRF	Espectroscopia de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
FAO	<i>Food and Agriculture Organization</i>
FASCA	Grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais
Fe	Ferro
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
Gbs	Gibbsita
GOF	Índice de qualidade de ajuste (<i>Goodness-of-Fit</i>)
He	Hélio
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
Illt	Ilita
ISSS	<i>International Society of Soil Science</i>
K	Potássio
Kln	Caulinita
Mag	Magnetita
Ms	Muscovita
PDI	Índice de Polidispersividade
Qz	Quartzo
RM	Método de Rietveld
Rt	Rutílio
S	Enxofre
SBCS	Sociedade Brasileira de Ciência do Solo
SEM-FEG	Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo
Si	Silício
SiBCS	Sistema Brasileiro de Classificação do Solo
TFSA	Terra Fina Seca ao Ar
Ti	Titânio
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UEM	Universidade Estadual de Maringá
USDA	<i>United States Department of Agriculture</i>
WDXRF	Espectroscopia de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Comprimento de Onda
WRB	<i>World Reference Base for Soil Resources</i>
XRF	Fluorescência de Raios X
XRD	Difração de Raios X

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVOS	17
2.1	OBJETIVO GERAL	17
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3	REVISÃO DE LITERATURA.....	19
3.1	FORMAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DOS SOLOS	19
3.1.1	Formação dos Solos	19
3.1.2	Neossolos.....	20
3.1.3	Propriedades Físicas, Químicas e Mineralógicas do Solo	22
3.1.4	Minerais nos Neossolos	23
3.1.5	Índices de Intemperismo do Solo	25
3.2	TÉCNICAS DE ANÁLISE	26
3.2.1	Picnometria a Gás He	27
3.2.2	Método da Pipeta e Fracionamento Físico	27
3.2.3	Espalhamento Dinâmico de Luz.....	28
3.2.4	Espectroscopia de Fluorescência de Raios X	29
3.2.5	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier	31
3.2.6	Difração de Raios X	31
3.2.7	Método de Rietveld	31
3.2.8	Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo	36
3.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	36
3.3.1	Análise de Variância	37
3.3.2	Teste de Tukey	38
3.3.3	Correlação de Pearson	39
4	MATERIAL E MÉTODOS	40
4.1	ASPECTOS DA MORFOLOGIA	41
4.2	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA E ANÁLISES INICIAIS	43
4.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	45
4.4	ANÁLISE MINERALÓGICA	46
4.5	ANÁLISE MICROSCÓPICA	47
4.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	48
5	RESULTADOS	49
5.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA	49
5.1.1	Densidade de Partículas, Textura, Classe Textural	50
5.1.2	Tamanhos de Partículas da Fração Argila.....	62
5.2	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	66
5.2.1	EDXRF	66
5.2.2	WDXRF	84
5.2.3	Índices de Intemperismo.....	85
5.3	COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA	88
5.3.1	FTIR	88
5.3.2	RM-XRD	96

5.4	ANÁLISE MICROSCÓPICA	109
5.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	126
5.5.1	Teste de Tukey	126
5.5.2	Matriz de Correlação de Pearson.....	127
6	DISCUSSÃO.....	137
7	CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS	141
	REFERÊNCIAS	142

1 INTRODUÇÃO

De modo geral, uma topossequência corresponde a uma sequência de solos desenvolvidos ao longo de diferentes posições topográficas da paisagem, sendo que as propriedades dos solos que a compõem são influenciadas principalmente pela topografia. Estes solos podem ter origem no mesmo material parental e compartilham um ambiente semelhante de clima, vegetação e tempo (Weil; Brady, 2017). Os solos ao longo de uma topossequência podem apresentar diferentes classificações, mas ainda assim, compartilhar propriedades semelhantes devido ao material de origem ou à deposição de sedimentos ao longo da paisagem.

Em uma topossequência com declividade acentuada, fatores como as características dos solos e o clima podem influenciar significativamente os processos erosivos. Em climas chuvosos e solos arenosos, como, por exemplo, os Neossolos, que são solos com pouco desenvolvimento pedogenético e, portanto, ainda estão em processo de formação, há a possibilidade de ocorrer agravamento de efeitos como a erosão (Santana *et al.*, 2007; Spera *et al.*, 2012).

A erosão é um processo de degradação do solo devido a causas naturais ou humanas, gerando a perda de material superficial e resultando, principalmente, na redução da produtividade do solo. Durante a erosão, parte dos materiais do solo é transportada, principalmente os localizados no topo do perfil, sendo que as partículas menores percorrem distâncias maiores (Santana *et al.*, 2007).

Como o solo é um material complexo, suas propriedades indicam características relacionadas à sua formação ou ao seu comportamento, como a suscetibilidade à erosão. As relações entre os horizontes de um perfil e os diferentes perfis de uma topossequência fornecem informações valiosas sobre essas características (Weil; Brady, 2017).

Do ponto de vista de estudos de caracterização e definição de propriedades de solos, a fim de compreender seu comportamento, as análises mais comuns incluem a determinação da densidade do solo, densidade de partículas, granulometria, porosidade, composição química, composição mineralógica e análise da matéria orgânica, entre outras, dependendo da finalidade (Santos, 2018).

Em análises mais específicas de um solo, estuda-se a composição mineral da terra fina seca ao ar (TFSA) e de suas frações granulométricas, o tamanho de partículas destes materiais, propriedades microscópicas das partículas e índices de intemperismo. Isto é devido às transformações dos minerais, tanto no material de origem quanto no material parental e no solo propriamente dito, que ocorrem em condições conhecidas. A identificação dos minerais é

realizada por técnicas de difração de raios X (XRD) e espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), como descrito por Bergaya, Theng e Lagaly (2006). Outras análises, como espectroscopia de fluorescência de raios X, microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo e análises térmicas são largamente utilizadas. E de forma complementar, emprega-se o método de Rietveld com dados de difração de raios X a fim de estimar a porcentagem e, possivelmente, refinar a estrutura cristalográfica dos minerais identificados (Young, 1995). Tais análises complementares são necessárias para confirmar e aprimorar as informações dos resultados com maior precisão e uma interpretação mais robusta das propriedades do solo.

Na topossequência estudada no presente trabalho, processos de erosão são observados, principalmente devido à configuração topográfica, que facilita o transporte de sedimentos das áreas mais altas para as mais baixas. Além disso, a topossequência é formada por três Neossolos: Neossolo Quartzarênico, Neossolo Litólico e Neossolo Flúvico, com diferentes quantidades de horizontes em cada perfil, sendo que o Neossolo Quartzarênico está localizado no topo da topossequência, o Neossolo Litólico está localizado em uma área de preservação permanente e o Neossolo Flúvico está localizado ao final da topossequência.

Desta forma, procurou-se responder com este estudo sobre as possíveis correlações e implicações da mineralogia dos solos envolvidos na topossequência devido aos processos de degradação. Tendo como hipótese que as propriedades físicas, químicas, mineralógicas e microscópicas dos Neossolos refletem as interações entre os diferentes perfis e horizontes ao longo da paisagem, influenciadas pelo transporte de sedimentos e pelos processos de intemperismo.

2 OBJETIVOS

Neste capítulo, são apresentados os objetivos gerais e específicos a fim de nortear o leitor sobre todo o percurso do trabalho realizado e apresentado nesta tese.

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve como objetivo o estudo de uma topossequência de Neossolos localizada em Baliza-GO, composta por três perfis de solo classificados como Neossolo Quartzarênico, Neossolo Litólico e Neossolo Flúvico, avaliando as possíveis correlações e implicações da mineralogia dos solos envolvidos na topossequência devido aos processos de degradação.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

De forma mais detalhada, com a mesma intenção de contemplar o propósito do trabalho, são descritos os objetivos específicos:

- Determinar a densidade de partículas da terra fina seca ao ar por picnometria a gás He;
- Estabelecer a classificação textural da terra fina seca ao ar pelo método da pipeta;
- Determinar o tamanho e a distribuição de partículas na fração argila por espalhamento dinâmico de luz;
- Realizar a separação granulométrica da fração areia por tamisação;
- Estabelecer os teores de areia entre as faixas: 2-1 mm, 1-0,25 mm e 0,25-0,053 mm;
- Obter a composição química da terra fina seca ao ar e das frações granulométricas pela espectroscopia de fluorescência de raios X;
- Comparar os resultados da composição química da terra fina seca ao ar e das frações granulométricas por diferentes técnicas;
- Avaliar os índices de intemperismo K_i e K_r estimados e o grau de intemperismo da terra fina seca ao ar, calculado com base na técnica de fluorescência de raios X;
- Identificar os minerais presentes na terra fina seca ao ar e nas frações granulométricas por meio das técnicas de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier e difração de raios X;
- Quantificar os minerais presentes na terra fina seca ao ar e nas frações granulométricas por meio do método de Rietveld com uso dos dados de difração de raios X;

- Verificar o tamanho, a forma das partículas e os possíveis minerais na fração argila por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo;
- Analisar as relações entre os horizontes de cada Neossolo e entre os diferentes perfis, com base no caráter flúvico da topossequência e no grau de intemperismo do material parental.

3 REVISÃO DE LITERATURA

Este capítulo apresenta a revisão de literatura que fornece a base necessária para a compreensão do tema abordado. O capítulo está estruturado em torno dos Neossolos, aprofundando suas características como classificação textural, composição química, granulometria e mineralogia. Em seguida, são abordadas as técnicas utilizadas para análise do solo, com a apresentação de resultados comuns em solos semelhantes, e por fim, as informações mais relevantes que contribuem para a formulação desta tese.

3.1 FORMAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DOS SOLOS

O solo desempenha um papel crucial em diversas áreas, sendo tratado frequentemente como um recurso renovável. No entanto, o impacto das atividades humanas, como a expansão urbana e agrícola, tem levado à degradação do solo. Isso reforça a importância de compreender o comportamento do solo para otimizar seu uso e preservar suas propriedades (Baird, 2002).

Estudar os fatores que influenciam o solo é essencial para entender suas características e comportamento. A definição de solo varia entre áreas como agricultura, engenharia e pedologia, mas todas reconhecem sua importância. Além disso, como o solo é um material complexo com múltiplas finalidades, é necessário identificar quais propriedades são relevantes para cada área de aplicação (Kämpf; Curi, 2012).

3.1.1 Formação dos Solos

A formação do solo é um processo dinâmico e contínuo que ocorre ao longo de milhares ou até milhões de anos, influenciado por uma série de fatores inter-relacionados. A teoria clássica da formação dos solos, apresentada por Jenny (1941), identifica cinco fatores principais: clima, organismos, topografia, material parental e tempo. Esses fatores atuam juntos para transformar rochas e outros materiais de origem em solos que sustentam a vida vegetal e outros organismos.

A formação do solo começa com a desintegração da rocha matriz devido ao intemperismo físico e químico, produzindo o material parental, que pode ser transportado para posições mais baixas na paisagem. Conforme a deposição dos materiais ocorre, formam-se camadas que, ao longo do tempo, sofrem diferenciação. Esse processo ocorre por meio de interações que envolvem ganhos, perdas, transformações e translocações no material parental

ao longo do tempo. O perfil do solo, ou simplesmente perfil, é o conjunto desses diferentes horizontes (Foth, 1990).

3.1.2 Neossolos

Os Neossolos são classificados como solos geneticamente jovens, com pouca atuação dos processos pedogenéticos e que mantêm muitas características do material de origem, conforme descrito no Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (SiBCS). No segundo nível categórico, estes solos podem ser classificados como Neossolo Litólico, Neossolo Flúvico, Neossolo Quartzarênico e Neossolo Regolítico (Santos *et al.*, 2018). Nesta tese, os solos analisados pertencem aos três primeiros Neossolos, e estes solos são correspondentes às classificações internacionais da WRB/FAO (FAO, do inglês *Food and Agriculture Organization* e WRB, do inglês *World Reference Base for Soil Resources*) e *Soil Taxonomy* (Quadro 3.1). No sistema WRB/FAO, eles são equivalentes, respectivamente, a *Arenosols*, *Leptosols* e *Fluvisols*, enquanto na *Soil Taxonomy*, respectivamente, a *Quartzipsamments*, *Lithic Udorthents* e *Fluvents*. A SiBCS classifica os solos em mais níveis categóricos, baseando-se em atributos como a profundidade dos horizontes, a coloração e a presença de certos materiais, que muitas vezes exigem a realização de algum tipo de análise para determinar o que são chamados de atributos diagnósticos (Santos *et al.*, 2018).

Quadro 3.1 – Correlação dos Neossolos conforme a SiBCS com WRB/FAO e *Soil Taxonomy*

SiBCS	WRB/FAO	Soil Taxonomy
Neossolos	---	Entisols
Neossolos Flúvicos	Fluvisols	Entisols (Fluvents)
Neossolos Litólicos	Leptosols	Entisols (Lithic...Orthents; Lithic...Psamments)
Neossolos Quartzarênicos	Arenosols	Entisols (Quartzipsamments)
Neossolos Regolíticos	Regosols	Entisols (Psamments e Orthents)

Fonte: Santos *et al.* (2018).

De acordo com o SiBCS (Santos *et al.*, 2018), o Neossolo Quartzarênico é formado predominantemente por areia, o que classifica como um solo extremamente arenoso, com baixa capacidade de retenção de água e nutrientes, além de possuir baixa fertilidade natural. Esses solos são altamente permeáveis e possuem pouca matéria orgânica. Devido ao intenso processo de lixiviação em regiões tropicais e subtropicais, os minerais e as substâncias mais reativas são removidos primeiramente, fazendo restar principalmente o mineral quartzo. São comuns em áreas de planícies costeiras, dunas e regiões de chapadas. No sistema WRB/FAO, ele corresponde ao grupo *Arenosols*, formado por materiais arenosos, com pouca ou nenhuma

diferenciação de horizontes, textura grosseira e baixo teor de matéria orgânica, típicos de desertos, dunas e planícies costeiras. Na *Soil Taxonomy*, ele é classificado como *Quartzipsamments*, uma subordem dos *Psamments*, caracterizados pela textura arenosa, alto conteúdo de quartzo e ausência de estrutura pedológica desenvolvida, comuns em áreas de dunas ou depósitos arenosos.

O Neossolo Litólico, de acordo com o SiBCS (Santos *et al.*, 2018), apresenta um perfil de solo raso, geralmente com menos de 50 cm de profundidade, e repousa diretamente sobre a rocha matriz ou sobre horizonte C. Formado em áreas de relevo acidentado, como serras e encostas, esses solos têm baixa capacidade de retenção de água e nutrientes e, conseqüentemente, baixa fertilidade natural. Eles se formam em ambientes onde a erosão é intensa e impede o desenvolvimento de horizontes profundos. No sistema WRB/FAO, o solo corresponde ao grupo *Leptosols*, caracterizado por ser raso e com material rochoso a pouca profundidade, típico de áreas montanhosas e encostas íngremes. Na *Soil Taxonomy*, o equivalente é *Lithic Udorthents*, uma subordem dos *Entisols*, que descreve solos rasos com uma camada superficial que repousa diretamente sobre a rocha mãe, o que limita o desenvolvimento de horizontes diagnósticos.

O Neossolo Flúvico, novamente de acordo com o SiBCS (Santos *et al.*, 2018), se forma a partir de sedimentos aluviais recentes, depositados por rios e cursos d'água, com estratificação clara devido à deposição periódica de materiais com diferentes texturas. Esses solos são frequentemente férteis, uma vez que a constante renovação de materiais trazidos pelas águas proporciona nutrientes frescos ao solo. O caráter flúvico é um atributo diagnóstico desses solos, que identifica solos formados pela influência de sedimentos aluviais ou colúvio-aluviais e que podem formar horizontes estratificados. Eles ocorrem em planícies de inundação, várzeas e outras áreas influenciadas por rios, onde há o risco de enchentes sazonais. No sistema WRB/FAO, esse solo é classificado como *Fluvisols*, que são solos jovens formados por sedimentos recentes, com camadas distintas e comumente encontrados em áreas fluviais. Na *Soil Taxonomy*, o equivalente é *Fluvents*, uma subordem dos *Entisols*, formada em áreas de deposição fluvial com pouca formação de horizontes e estratificação visível, encontrada em várzeas e planícies aluviais, geralmente com boa fertilidade devido à deposição contínua de material mineral.

3.1.3 Propriedades Físicas, Químicas e Mineralógicas do Solo

De forma geral, o solo é formado por materiais sólidos compostos por partículas minerais e orgânicas de diferentes tamanhos, dispostas em uma matriz, o que resulta em aproximadamente metade do seu volume em espaços porosos. Esses poros podem ser preenchidos por água e gases. Na fração de materiais sólidos, predominam os minerais, que representam cerca de 90% da composição. A utilização do solo é fortemente influenciada por estas propriedades, que dependem do arranjo desses materiais no solo (Foth, 1990; Weil; Brady, 2017).

A cor é uma das propriedades mais evidentes e fáceis de observar no solo. Ela é importante porque serve como indicador de características como drenagem de água, aeração e conteúdo de matéria orgânica. Assim, a cor é utilizada com outras características para inferir informações relevantes sobre a formação do solo e seu uso. De acordo com Botelho *et al.* (2006) e Santana *et al.* (2013), solos escuros indicam um possível predomínio de matéria orgânica ou presença de óxidos de ferro, enquanto solos mais claros sugerem um predomínio de minerais como o quartzo e maior teor de areia. Portanto, a cor é um indicador útil para identificação de elementos relacionados às propriedades do solo.

A classificação textural é realizada com base na proporção de areia, silte e argila, utilizando o triângulo textural, onde a amostra analisada é chamada de terra fina seca ao ar (TFSA). A textura do solo é uma das propriedades fundamentais para determinar seu uso potencial, seja na agricultura ou na construção civil, entre outras áreas. Além disso, a textura fornece a base para a maioria das análises de solo, pois representa a estrutura física dele (Ferreira, 2010).

As análises de densidade do solo e densidade de partículas do solo são indicadores importantes da composição dos materiais presentes. A densidade do solo reflete tanto a compactação quanto o tipo de partículas, sendo um importante indicador da textura, diferenciando solos arenosos de solos argilosos. Valores elevados de densidade, entre 1,6 e 1,8 g/cm³, são típicos de solos arenosos, enquanto valores mais baixos, em torno de 1,2 g/cm³, indicam solos argilosos, e os solos com maior quantidade de matéria orgânica podem apresentar densidades ainda mais baixas (Ferreira, 2010). Por outro lado, a densidade de partículas indica a predominância de certos minerais. Valores entre 2,6 e 2,75 g/cm³ são característicos de minerais como quartzo, feldspato e micas, enquanto densidades mais altas sugerem a presença de minerais mais densos, como magnetita e hematita (Liccardo; Chrodur, 2017).

O intemperismo do solo se relaciona à idade e ao grau de alteração sofrido. O tamanho de partículas, como da fração areia ou da fração argila, está ligado diretamente ao grau de intemperismo devido aos processos de intemperismo físico e também ao material de origem (Foth, 1990). O intemperismo químico do solo está associado à composição química, e para avaliar a sua alteração química, os índices de intemperismo mais comuns são chamados de índices de intemperismo Ki e Kr (Teixeira *et al.*, 2017). Os minerais presentes no solo também refletem o processo de intemperismo. Minerais primários, como o feldspato, podem se transformar em minerais secundários, como a caulinita, gibbsita e ilita, entre outros (Velde, 1992). A composição química do solo tende a seguir um padrão, com concentrações predominantes de Si e Al, seguidas por Fe, Ca e K, entre outros elementos (Tiecher, 2015).

De maneira geral, o intemperismo está relacionado com a composição química, tamanho de partículas e a composição mineralógica do solo, sendo que os minerais podem se tornar menores por transformação ou apenas redução no tamanho de forma física. Para exemplificar, como diz o próprio nome dos solos em estudo neste trabalho: Neossolo se refere a um solo jovem, sendo que os índices de intemperismo Ki e Kr, tamanhos das partículas e sua composição mineralógica podem fornecer informações sobre os graus de intemperismo.

As propriedades físicas, químicas e mineralógicas do solo são importantes para a caracterização detalhada de materiais de diferentes áreas. Por isso, é fundamental conhecer a natureza dos materiais e utilizar as técnicas analíticas de forma adequada, conciliando-as para obter informações precisas. Como o solo é um material complexo, as análises devem ser realizadas separadamente para evitar sobreposição de informações, que pode ocorrer devido à técnica utilizada, à forma das partículas ou à concentração dos materiais analisados.

3.1.4 Minerais nos Neossolos

Foi realizado um levantamento bibliográfico com foco em trabalhos que abordam solos de mesma classificação presentes na topossequência estudada neste trabalho, especificamente Neossolos. Segundo Nogueira *et al.* (2024), o Neossolo Quartzarênico da região de Cerrado de Mato Grosso apresentou minerais como quartzo, muscovita, biotita e feldspato. Analisando especificamente a fração argila, foram identificados os minerais caulinita, gibbsita, goethita e hematita, por meio da técnica XRD. No trabalho de Alves (2022), foram investigados três solos da região metropolitana de Goiânia, dos quais um foi classificado como Neossolo Quartzarênico Órtico, contendo os minerais quartzo, caulinita e ilita. Já Pires *et al.* (2024), ao analisar o Neossolo Quartzarênico do presente estudo utilizando técnicas de

fluorescência de raios X e difração de raios X na fração argila, identificaram os minerais caulinita, gibbsita, quartzo, anatásio, magnetita e calcita. Por fim, Fonseca *et al.* (2021) analisou cinco perfis de solos em uma topossequência localizada na região de Amazonas, encontrando no Neossolo Quartzarênico minerais como quartzo, caulinita, anatásio, goethita e hematita.

Na região de Porto Alegre-RS, Medeiros *et al.* (2013) investigaram diversos solos, sendo um deles classificado como Neossolo Litólico Distrófico típico, apresentando quartzo, feldspato e caulinita em sua composição. No estudo de Bortoluzzi *et al.* (2012), um Neossolo Litólico da região de Bento Gonçalves-RS foi analisado, identificando, nas frações areia e silte, os minerais quartzo, cristobalita, feldspato e hematita, como predominantes, além de ferrihidrita, rutilo e anatásio em menor concentração. Na fração argila, foram encontrados hematita, caulinita, ilita e vermiculita. Já o trabalho de Fernandes *et al.* (2024) analisou um Neossolo Litólico da região de São Paulo, relatando minerais como quartzo, caulinita, gibbsita, goethita e hematita.

Nos levantamentos sobre Neossolos Flúvicos, Corrêa *et al.* (2003) analisaram quatro solos na região da Paraíba, identificando na fração silte minerais como plagioclásios, feldspatos, quartzo, muscovita, biotita e clorita. Na fração argila foram encontrados, caulinita, ilita, esmectita e vermiculita. Em outra pesquisa, Portugal (2009) investigou Neossolos Flúvicos Ta eutróficos da sub-bacia do Rio Juruá-AC, relatando minerais como mica, biotita, olivina, esmectita, vermiculita, ilita, muscovita, caulinita e quartzo. No estudo de Magalhães e Gomes (2013), em solos de Iranduba-AM, os minerais quartzo, albita e rutilo foram relatados como os mais abundantes, além de muscovita, caulinita e ilita. No trabalho de Lima *et al.* (2006), que analisou solos na região do Alto Solimões em Benjamin Constant-AM, foram identificados clorita, vermiculita, esmectita, mica/ilita, caulinita e quartzo. Por fim, Castro, Vendrame e Pineise (2014) caracterizaram a fração argila de Neossolos Flúvicos Ta distróficos e psamíticos das ilhas Mutum e Porto Rico, no alto Rio Paraná, relatando minerais como caulinita, gibbsita, ilita, hematita, goethita, magnetita e lepidocrocita.

O Quadro 3.2 apresenta informações da densidade de partículas e composição química dos minerais presentes na topossequência deste trabalho, coincidindo com os minerais reportados no perfil RY por (Yanaguisawa, 2019). Entre os minerais identificados estão quartzo, caulinita, ilita, gibbsita, muscovita, rutilo, magnetita e calcita. Considerando que a composição química dos minerais pode variar, são indicados os autores dos trabalhos que realizaram a caracterização dos minerais, como Balan *et al.* (2006), Bish e Von Dreele (1989), Drits *et al.* (2010), Graf (1961), Richardson e Richardson (1982), Wechsler, Lindsley e Prewitt (1984), Wei (1935) e Wyckoff (1965). Esses trabalhos abrangem a densidade de partículas,

composição química e informações cristalográficas relativas à estrutura cristalina como parâmetros de cela unitária, posições atômicas e grupos espaciais, utilizados no presente trabalho. Além disso, o Quadro 3.2 apresenta os símbolos para a padronização da abreviação dos minerais, conforme Warr (2020), que analisou as abreviações em 166 artigos e recomenda uma normalização para facilitar a compreensão e otimizar a apresentação em textos, tabelas e figuras.

Quadro 3.2 – Informações dos minerais presentes nos Neossolos

Mineral	Abreviação dos minerais	Referência	Densidade de partículas (g/cm ³)	Composição química
Quartzo	Qz	Wei (1935)	2,649	SiO ₂
Caulinita	Kln	Bish e Von Dreele (1989)	2,558	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄
Gibbsita	Gbs	Balan <i>et al.</i> (2006)	2,373	Al(OH) ₃
Ilita	Ilt	Drits (2010)	2,820	KAl ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂
Muscovita	Ms	Richardson e Richardson (1982)	2,804	KAl ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂
Rutílio	Rt	Wyckoff (1965)	4,248	TiO ₂
Magnetita	Mag	Wechsler, Lindsley e Prewitt (1984)	5,196	Fe ₃ O ₄
Calcita	Cal	Graf (1961)	2,710	CaCO ₃

Fonte: Adaptado de Warr (2020), Wei (1935), Bish e Von Dreele (1989), Balan *et al.* (2006), Drits (2010), Richardson e Richardson (1982), Wyckoff (1965), Wechsler, Lindsley e Prewitt (1984) e Graf (1961).

3.1.5 Índices de Intemperismo do Solo

Os índices de intemperismo são ferramentas essenciais na geociência para avaliar o grau de alteração e evolução dos materiais rochosos e solos sob a influência de processos químicos, físicos e biológicos. Esses índices quantificam a intensidade do intemperismo ao longo do tempo, permitindo analisar as transformações mineralógicas e químicas que ocorrem à medida que os materiais primários se desintegram e se convertem em produtos secundários. Entre os fatores que influenciam esses índices estão o clima, a topografia, o tempo de exposição, a composição mineralógica inicial e a atividade biológica (IBGE, 2007).

De acordo com Teixeira *et al.* (2017) e IBGE (2007), o índice de intemperismo K_i é um parâmetro utilizado principalmente para realizar distinção entre os diferentes Latossolos e o índice K_r é para realizar distinção entre solos cauliniticos e solos oxídicos, estes índices são calculados com base na razão molar de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃, conforme as Equações 3.1 e 3.2:

$$K_i = \frac{SiO_2}{Al_2O_3} \cdot 1,7 \quad (3.1)$$

$$Kr = \frac{SiO_2/0,6}{Al_2O_3/1,02 + Fe_2O_3/1,6} \quad (3.2)$$

onde a concentração, de SiO_2 e Al_2O_3 são obtidas pelo ataque sulfúrico e Fe_2O_3 determinado por complexometria ou espectrometria de absorção atômica, com concentração dada em g/kg.

De acordo com IBGE (2007), o índice K_i mede o grau de lixiviação de sílica em relação ao alumínio durante o intemperismo. Um valor elevado de K_i indica que o solo ainda contém quantidade significativa de sílica, ou seja, o intemperismo é fraco ou está em um estágio inicial. Valores mais baixos de K_i indicam maior intemperismo, com remoção substancial de sílica e enriquecimento relativo de alumínio. O índice K_r leva em consideração tanto o alumínio quanto o ferro na composição do solo. Isso oferece uma visão mais completa do grau de intemperismo em solos ricos em óxidos de ferro. Solos com altos valores de K_r tendem a apresentar menor grau de intemperismo, enquanto valores mais baixos indicam um intemperismo mais avançado, com a remoção significativa de sílica e a concentração de óxidos de ferro e alumínio. Quando os solos apresentam o índice $K_i \leq 2,0$, o solo é muito intemperizado e quando $K_i > 2,0$, o solo é pouco intemperizado. O índice K_r é utilizado para classificar os solos em caulíníticos, oxídicos e gibbsíticos, sendo caulíníticos para K_i e $K_r > 0,75$, caulíníticos-oxídicos para $K_i > 0,75$ e $K_r < 0,75$, oxídicos para $K_r < 0,75$ e gibbsíticos para $K_i < 0,75$ e $K_r < 0,75$.

Ressalta-se neste ponto que os índices intemperismo K_i e K_r não foram determinados de acordo com Teixeira *et al.* (2017), mas sim, a partir dos teores obtidos dos resultados das análises realizadas por fluorescência de raios X (XRF), além disso, ressalta-se que, por terem sido aplicados a Neossolos, os índices K_i e K_r são considerados valores estimados, utilizados com o objetivo de comparação com os demais resultados da tese.

3.2 TÉCNICAS DE ANÁLISE

A caracterização dos solos nesta topossequência foi realizada por meio de técnicas de análises físicas, químicas, mineralógicas e microscópicas, que fornecem uma descrição abrangente das propriedades dos Neossolos estudados. A seguir, são apresentadas de forma geral as principais técnicas utilizadas no presente trabalho.

3.2.1 Picnometria a Gás He

A picnometria a gás He é amplamente utilizada para determinar a densidade de partículas de sólidos, incluindo amostras em pó. O gás He é utilizado devido à sua natureza inerte e ao pequeno tamanho de seus átomos, que conseguem penetrar nos poros abertos dos materiais, proporcionando maior precisão nas medições (Quantachrome Instruments, 2009). Como o solo é um material poroso, a utilização da técnica de picnometria a gás torna-se vantajosa, pois permite determinar o conjunto de partículas que formam o solo sem alterar suas condições. Além disso, a técnica permite realizar diversas repetições, proporcionando maior precisão nos resultados. Essa técnica é baseada na variação de pressão em um sistema fechado, permitindo determinar o volume da amostra. O trabalho de Yanaguisawa (2019) descreve, de forma detalhada, o funcionamento do multipicnômetro utilizado nesta tese. A densidade de partículas é calculada com a Equação 3.3:

$$\rho_p(\text{g/cm}^3) = \frac{m_p}{V_C - V_R \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right)} \quad (3.3)$$

onde m_p é a massa da amostra, V_C e V_R são os valores dos volumes do compartimento do sistema, e P_1 e P_2 são as pressões no início e no final da medição.

3.2.2 Método da Pipeta e Fracionamento Físico

O método da pipeta é utilizado para a análise granulométrica, separando as frações de areia, silte e argila. O Quadro 3.3 apresenta o intervalo de tamanho de partículas mais utilizadas no Brasil, conforme as principais classificações, sendo elas Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS), Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Internacional de Ciência do Solo (ISSS, do inglês *International Society of Soil Science*), Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA, do inglês *United States Department of Agriculture*), de acordo com Ferreira (2010) e ABNT (2022).

Quadro 3.3 – Classificações mais utilizadas para a TFSA no Brasil, composta por areia muito grossa (AMG), areia grossa (AG), areia média (AM), areia fina (AF), areia muito fina (AMF), silte (Slt) e argila (Arg)

Tamanho de Partículas (µm)							
SBCS		ABNT		ISSS		USDA	
						AMG	2000-1000
AG	2000-200	AG	2000-600	AG	2000-200	AG	1000-500
		AM	600-200			AM	500-250
AF	200-50	AF	200-60	AF	200-20	AF	250-100
						AMF	100-50
Slt	50-2	Slt	60-2	Slt	20-2	Slt	50-2
Arg	<2	Arg	<2	Arg	<2	Arg	<2

Fonte: Adaptado de Ferreira (2010) e ABNT (2022).

Conforme Donagemma (2017), a fração areia é obtida por peneiramento, enquanto a separação entre as frações silte e argila é baseada na Lei de Stokes, que permite calcular o tempo de sedimentação das partículas suspensas em um líquido, conforme a Equação 3.4:

$$t(s) = \frac{h \cdot 18 \cdot \eta_f}{D_p^2 \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_f)} \quad (3.4)$$

onde t é o tempo de sedimentação de uma altura h , em que partículas com diâmetros superiores a D_p sedimentam em um fluido de viscosidade η_f , com aceleração da gravidade local g , com as densidades de partículas ρ_p e do fluido ρ_f .

Essa metodologia fornece a distribuição de tamanhos de partículas na TFSA, que é utilizada para determinar a classificação textural do solo. A classificação textural é obtida com base no triângulo textural, conforme os teores das frações granulométricas (Ferreira, 2010).

O fracionamento físico consiste na separação completa dessas frações, permitindo obter amostras em quantidade suficiente para análises específicas de cada uma. Esse processo possibilita uma caracterização mais detalhada das propriedades do solo, sendo realizado por meio de coletas sucessivas das amostras não sedimentadas, ou seja, da fração argila, conforme os princípios da Lei de Stokes.

3.2.3 Espalhamento Dinâmico de Luz

A técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS, do inglês *Dynamic Light Scattering*) é utilizada para medir o tamanho de partículas em escala nanométrica suspensas em líquidos, sendo especialmente útil para a análise da fração argila do solo (Eltohamy *et al.*, 2023; Hu *et al.*, 2022; Izdebska-Mucha; Trzciński, 2021; Sadri *et al.*, 2023; Schadosin *et al.*, 2023). A DLS considera que as partículas possuem formas esféricas e baseia-se no movimento browniano das

partículas, fornecendo informações sobre a distribuição de tamanhos de partículas na amostra. Isso ocorre conforme a luz do laser é espalhada em intensidades variadas, dependendo do tamanho das partículas (Berne; Pecora, 2000).

O índice de polidispersidade (PDI) indica a variabilidade no tamanho das partículas (Quadro 3.4), onde $PDI \leq 0,1$ representa amostras monodispersas, ou seja, com partículas de tamanho uniforme; $0,1 < PDI \leq 0,4$: amostras moderadamente polidispersas, com variabilidade moderada no tamanho das partículas; e $PDI > 0,4$, amostras altamente polidispersas, ou seja, com grande variabilidade no tamanho das partículas (Bhattacharjee, 2016).

Quadro 3.4 – Relação do índice de polidispersividade (PDI) com a classificação da suspensão em relação ao tamanho das partículas presentes

PDI	Classificação
$\leq 0,1$	Altamente monodisperso
$0,1 < PDI \leq 0,4$	Moderadamente polidisperso
$> 0,4$	Altamente polidisperso

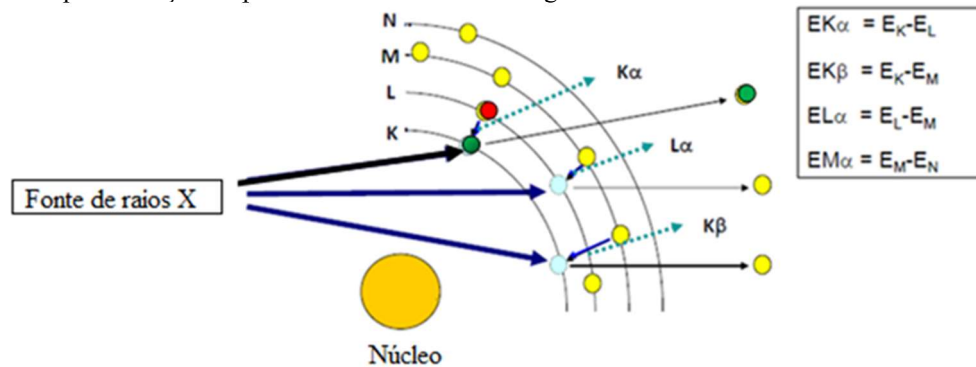
Fonte: Bhattacharjee, 2016.

Pesquisas recentes têm mostrado que os tamanhos de partículas indicados na DLS são consistentes nas imagens obtidas por técnicas de microscopia, identificando partículas com tamanhos entre 10 nm e 2 μ m em amostras da fração argila de solos (Hu *et al.*, 2022; Izdebska-Mucha; Trzeński, 2021; Sadri *et al.*, 2023; Schadosin *et al.*, 2023).

3.2.4 Espectroscopia de Fluorescência de Raios X

A espectroscopia de fluorescência de raios X (XRF, do inglês *X-ray Fluorescence*) é uma técnica amplamente utilizada para determinar a composição química de um material. Por ser uma técnica não destrutiva, de fácil aplicação e análise rápida, torna-se bastante útil para análises de solo. O princípio de funcionamento da XRF baseia-se na interação entre a radiação de alta energia e os átomos presentes na amostra (Figura 3.1). Quando a radiação incide sobre a amostra, elétrons das camadas (K, L, M, N) são ejetados, criando espaços vazios. Esses espaços são imediatamente ocupados por elétrons de camadas mais energéticas, o que resulta na emissão de energia característica, que depende do elétron ejetado e da transição eletrônica ocorrida ($K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$). Por fim, o detector mede a energia emitida e identifica os elementos químicos presentes no material (Nascimento-Dias, Oliveira e Anjos, 2017).

Figura 3.1 – Esquemática do processo de emissão da energia característica da fluorescência de raios X



Fonte: Adaptado de Yanagisawa (2018).

De acordo com Santos *et al.* (2013), a XRF apresenta duas variações principais, como a fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF, do inglês *Energy Dispersive X-ray Fluorescence*) que detecta elementos com base na energia dos raios emitidos e a fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF, do inglês *Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence*) que distingue os elementos com base no comprimento de onda dos raios emitidos. Comparando as duas técnicas, a EDXRF possui um custo inferior pela sua simplicidade, porém, a WDXRF, devido a utilização de um cristal difrator e um detector que se movimentam de forma sincronizada, possui limites de detecção, precisão e exatidão que podem ser mais rigorosos, o que encarece a análise.

A energia emitida está relacionada ao comprimento de onda conforme mostra a Equação 3.5:

$$E = h \cdot \frac{c}{\lambda} \quad (3.5)$$

onde E é a energia característica do raio X, h é constante de Planck, c é velocidade da luz no vácuo e λ comprimento de onda dos raios X característico difratado dos elementos.

Essa técnica auxilia na estimativa indireta dos minerais presentes na amostra, sendo importante como um primeiro indicador de minerais presentes, auxiliando outras técnicas. De acordo com Loubser e Verryin (2008), a XRF quando combinada com outras técnicas, como, por exemplo, a técnica de difração de raios X aumenta a confiabilidade dos resultados. Além disso, a XRF pode ser utilizada para verificar os desenvolvimentos de novos métodos de análises ou preparação de amostras. Como exemplo, o trabalho de Di Giuseppe *et al.* (2016) desenvolveu equação para estimar a densidade das partículas com base na composição química do solo.

3.2.5 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR, do inglês *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) é uma técnica analítica amplamente utilizada para identificar compostos químicos, sejam eles cristalinos, microcristalinos ou amorfos. Além disso, é uma técnica rápida, econômica, fácil de aplicar, não destrutiva e necessita de pequenas quantidades de amostra (Bergaya, Theng e Lagaly, 2006).

O princípio da FTIR baseia-se na medição das intensidades das vibrações moleculares, que variam conforme as estruturas, tipos de ligações entre os átomos e os grupos funcionais presentes. A absorção de radiação infravermelha ocorre quando a frequência da radiação incidente coincide com a frequência natural de vibração das moléculas, e haja uma variação no momento dipolar devido a essas vibrações.

De acordo com Smith (2011), estas vibrações estão relacionadas com a energia de determinadas radiações, e na espectroscopia na região do infravermelho, utiliza-se a unidade número de onda $\bar{\nu}$, expressa em centímetro recíproco (cm^{-1}). Essa unidade possui relação com a frequência da radiação expressa pela Equação 3.6:

$$\bar{\nu} (\text{cm}^{-1}) = \frac{\nu}{c} \quad (3.6)$$

onde ν é a frequência da onda e c é a velocidade da luz.

Na análise mineralógica, alguns minerais específicos exibem bandas de absorção entre as regiões de vibração de 4000 a 400 cm^{-1} , comum em análises em solos (Brinatti, 2001; Prandel, 2015; Schardosin *et al.*, 2023, Yanaguisawa, 2019). De acordo com Velde (1992), os argilominerais apresentam vibrações características próximas de 3500 cm^{-1} , devido a ligação OH. Por outro lado, outros minerais, como óxidos, podem apresentar vibrações características em faixas mais baixas, entre 600 a 240 cm^{-1} (Gadsden, 1975). Portanto, é importante realizar medições nessas faixas adicionais para garantir uma identificação mineral mais completa.

3.2.6 Difração de Raios X

A difração de raios X (XRD, do inglês *X-ray Diffraction*) é uma técnica amplamente utilizada para identificar os minerais presentes em materiais. Esta técnica baseia-se no fenômeno de difração, que ocorre quando os raios X interagem com a estrutura cristalina dos materiais.

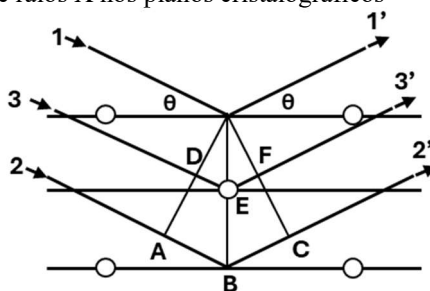
Os minerais possuem átomos distribuídos de forma ordenada, formando uma rede cristalina. Quando os raios X incidem sobre esses planos dessa rede, ocorrem reflexões que produzem padrões de difração únicos, característicos de cada mineral. Esses padrões permitem a identificação e caracterização de minerais específicos (Hammond, 1998; Tilley, 2014; Cullity, 1978).

A difração de raios X é descrita pela Lei de Bragg, que estabelece as condições necessárias para que ocorra interferência construtiva entre os feixes refletidos (Figura 3.2), conforme a Equação 3.7:

$$n\lambda = 2d_i \sin \theta \quad (3.7)$$

onde n é um número inteiro que representa a ordem de difração, λ é o comprimento de onda dos raios X, d_i é a distância entre os planos cristalinos, θ é o ângulo de incidência dos raios X.

Figura 3.3 – Incidência e difração de raios X nos planos cristalográficos



Fonte: Adaptado de Cullity (1978).

Para que ocorra difração, é necessário que a diferença de percurso entre os feixes refletidos seja um múltiplo inteiro do comprimento de onda. Além disso, a interação é mais eficaz quando o espaçamento interplanar é da mesma ordem de grandeza que o comprimento de onda da radiação incidente.

Conforme descrito por Hammond (1998), Tilley (2014) e Cullity (1978), os fatores que influenciam as intensidades dos raios X são: fator de espalhamento atômico (f), fator de estrutura F_{hkl} , fator de multiplicidade, fator de Lorentz-Polarização e fator de deslocamento atômico. Estes fatores foram discutidos com maior profundidade em Yanaguisawa (2019).

A XRD é amplamente utilizada no estudo do solo, como os já mencionados na subseção 3.1.4, referente aos minerais presentes nos Neossolos. A maior parte destes trabalhos indicados utilizou essa técnica para a identificação dos minerais nos solos, tanto na TFSA quanto nas suas frações granulométricas.

3.2.7 Método de Rietveld

O método de Rietveld, com uso dos dados de difração de raios X (RM-XRD), baseia-se na construção de um modelo teórico do difratograma - difratograma calculado - que é ajustado ao difratograma experimental - difratograma observado - Esse método permite estimar a quantidade de cada mineral presente na amostra, assim como os parâmetros estruturais da estrutura cristalina dos minerais identificados (Larson; Von Dreele, 2004).

O processo envolve a inserção dos dados cristalográficos dos minerais identificados previamente e o refinamento de parâmetros estruturais e não estruturais no difratograma.

O RM-XRD tem como base minimizar a soma dos quadrados das diferenças entre os valores observados e calculados (Larson; Von Dreele, 2004). Ou seja, quanto menor o valor do termo residual S_y , melhor será o ajuste, dado pela Equação 3.8:

$$S_y = \sum_{i=1}^N w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (3.8)$$

onde y_i é a intensidade observada e y_{ci} é a intensidade calculada no i -ésimo passo e w_i é a função peso, definida por $w_i = 1/\sqrt{y_i}$. A intensidade calculada é dada pela Equação 3.9:

$$y_{ci} = S_R \sum_{p=1}^{n_p} S_p A_b \left[\sum_k L_k |F_k|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) A_S P_k \right] + y_{bi} \quad (3.9)$$

onde os termos dessa equação são detalhados no trabalho de Yanagisawa (2019) e definidos como:

- S_R : é a função de ajuste do efeito da rugosidade superficial;
- p : é o índice que indica cada fase presente da amostra;
- S_p : é a função de ajuste do fator de escala de cada fase p ;
- A_b : é a função de ajuste do fator de absorção;
- F_k : é o fator de estrutura do k -ésimo plano reticular;
- L_k : fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade;
- ϕ : é a função de ajuste do perfil;
- θ_i : é o ângulo de espalhamento no i -ésimo passo;

- θ_k : é o ângulo de difração no plano reticular;
- A_s : é a função de ajuste da assimetria do perfil;
- P_k : é a função de ajuste de orientação preferencial;
- y_{bi} : é a intensidade da radiação de fundo no i-ésimo passo.

Para a quantificação mineral, utiliza-se o fator de escala S_p , dado pela razão entre y_i e y_{ci} (Equação 3.10). Esse fator é utilizado para determinar a porcentagem dos minerais W_p tratados no refinamento (Equação 3.11), levando em consideração a massa da célula unitária m_p de cada fase p . Assim, W_p representa a fração em peso dos minerais na amostra, conforme descrito por Prandel (2015) e Hill e Howard (1987):

$$S_p = \frac{y_{ci}}{y_i} \quad (3.10)$$

e

$$W_p = \frac{S_p m_p}{\sum_{p=1}^{n_p} S_p m_p} \quad (3.11)$$

A função de ajuste do perfil ϕ descreve o formato e a largura dos picos. Neste trabalho é utiliza-se a função Pseudo-Voigt, dada pela Equação 3.12:

$$\phi = \eta L + (1 - \eta)G \quad (3.12)$$

A função Pseudo-Voigt utiliza as funções Lorentziana L e a Gaussiana G de forma ponderada (Young, 1995), conforme a Equações 3.13 e 3.14:

$$L(\Gamma) = \frac{\sqrt{4}}{\pi\Gamma} \left[1 + 4 \left(\frac{2\theta_i - 2\theta_k}{\Gamma^2} \right) \right]^{-1} \quad (3.13)$$

e

$$G(\Gamma) = \frac{\sqrt{4 \ln 2}}{\sqrt{\pi}\Gamma} \exp \left[-\frac{4 \ln 2 (2\theta_i - 2\theta_k)^2}{\Gamma^2} \right] \quad (3.14)$$

com o parâmetro de mistura η que relaciona estas duas funções, dado pela Equação 3.15:

$$\eta = 1,36603 \frac{\Gamma_L}{\Gamma} - 0,47719 \left(\frac{\Gamma_L}{\Gamma}\right)^2 + 0,11116 \left(\frac{\Gamma_L}{\Gamma}\right)^3 \quad (3.15)$$

onde Γ é a largura à meia altura da k-ésima reflexão de Bragg, que fornece informações sobre as propriedades estruturais do material, dada pela Equação 3.16:

$$\Gamma = (\Gamma_G^5 + A\Gamma_G^4\Gamma_L + B\Gamma_G^3\Gamma_L^2 + C\Gamma_G^2\Gamma_L^3 + D\Gamma_G\Gamma_L^4 + \Gamma_L^5)^{\frac{1}{5}}, \quad (3.16)$$

onde as constantes A, B, C e D foram substituídas, respectivamente por: A=2,69269, B=2,42843 C=4,4716, D=0,07842. Enquanto Γ_G e Γ_L são dadas pelas Equações 3.17 e 3.8:

$$\Gamma_G = \sqrt{8\ln 2 U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W + \frac{P}{\cos^2 \theta}}, \quad (3.17)$$

e

$$\Gamma_L = \frac{X + X_e \cos \phi}{\cos \theta} + (Y + Y_e \cos \phi) \tan \theta, \quad (3.18)$$

onde X, X_e, Y e Y_e são parâmetros relacionado ao alargamento Lorentziano dos picos devido ao tamanho de cristalito e U, V e W são parâmetros refináveis relacionado ao alargamento Lorentziano.

Os critérios para análise do ajuste do perfil e, portanto, do refinamento, são fornecidos pelos indicadores de qualidade do refinamento. Esses indicadores são fornecidos pelos índices de discordância, ou simplesmente índices. Sendo que o índice de qualidade do refinamento em relação ao perfil, considerando todos os parâmetros de ajuste, é dado pela Equação 3.19:

$$\sqrt{\chi^2} = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \quad (3.19)$$

onde R_{wp} (do inglês, *weighted-pattern*) é o melhor índice que se aplica no processo do refinamento e R_{exp} (do inglês, *expected*) é definido como R esperado, respectivamente pelas Equações 3.20 e 3.21:

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum_{i=1}^N w_i (y_i - y_{ci})^2}{\sum_{i=1}^N w_i y_i^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3.20)$$

e

$$R_{exp} = \left[\frac{N - P}{\sum_{i=1}^N w_i y_{ci}^2} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.21)$$

onde N refere-se ao número de observações e o P número de parâmetros ajustados.

O índice de qualidade $\sqrt{\chi^2}$ também é conhecido GOF (do inglês, *goodness-of-fit*), segundo Antoniassi (2010), valores de até 5 para o índice GOF são considerados comuns, enquanto o valor 1 representa um refinamento perfeito.

Os RM-XRD é utilizado principalmente para determinar as estruturas atômicas dos materiais. Neste trabalho, o objetivo foi realizar a quantificação mineral. Estudo anteriores, como os realizados em Brinatti (2001), Prandel (2015) e Leite (2012), já aplicaram o RM-XRD nos estudos de solos.

3.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo

A microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (SEM-FEG, do inglês *Scanning Electron Microscopy with Field Emission Gun*) é uma técnica amplamente utilizada para visualizar a morfologia e a superfície das partículas de amostras sólidas. Essa técnica oferece informações sobre a forma, textura e estrutura das partículas.

O princípio da SEM-FEG baseia-se na interação do feixe de elétrons emitido pelo canhão de emissão de campo com a superfície da amostra. Quando o feixe de elétrons de alta energia incide sobre a amostra, diferentes tipos de emissões são gerados, conforme apresentado por Prandel (2015). Os sinais captados por meio dessas interações são processados por detectores específicos, e utilizados para formar imagens tridimensionais de alta resolução.

A SEM-FEG, quando associada à EDXRF, possibilita também a análise da composição química em regiões específicas da amostra. Esta análise complementa a identificação dos minerais, observando tanto a sua composição química quanto a forma.

3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística é uma ferramenta essencial na pesquisa científica, pois converte dados brutos em informações significativas, que fundamentam a tomada de decisões e a formulação de conclusões. Em estudos que envolvem dados experimentais ou observacionais, a aplicação de métodos estatísticos apropriados é fundamental para assegurar a validade e precisão dos resultados. Além de cálculos simples, a análise estatística exige a escolha criteriosa

de técnicas adequadas, considerando a natureza dos dados, o delineamento experimental e as hipóteses a serem testadas.

3.3.1 Análise de Variância

A análise de variância (ANOVA, do inglês *Analysis of Variance*) é uma técnica estatística usada para comparar as médias de três ou mais grupos, com o objetivo de identificar diferenças estatisticamente significativas entre eles. Este método é amplamente empregado em experimentos que envolvem múltiplas condições ou tratamentos, permitindo avaliar o efeito de uma ou mais variáveis independentes sobre uma variável dependente (Mohr, Wilson e Freund, 2022; Montgomery; Runger, 2018; Cohen, 1988).

Neste trabalho, a ANOVA foi aplicada para verificar se as propriedades de um horizonte de solo apresentam diferenças estatísticas significativas quando comparadas a outros horizontes, contribuindo para a identificação de possíveis associações entre estes horizontes. A variância entre os grupos é calculada pela Equação 3.22:

$$\text{Variância} = \frac{\sum_{i,j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{n - 1} \quad (3.22)$$

onde $x_{i,j}$ é o valor da observação individual no grupo i , $\bar{x}_i$ é a média do grupo correspondente i , i representa o número de horizontes (grupos), j o número de repetições e n total de observações.

A estatística F, utilizada para testar a hipótese nula de que não há diferenças significativas entre os grupos, é calculada pela razão entre a variabilidade entre os grupos e a variabilidade dentro dos grupos, dada pela Equação 3.23:

$$F_{\text{calculado}} = \frac{MQ_{\text{entre os grupos}}}{MQ_{\text{dentro dos grupos}}} \quad (3.23)$$

onde $MQ_{\text{entre os grupos}}$ é a média do quadrado entre os grupos e $MQ_{\text{dentro dos grupos}}$ é a média dos quadrados dentro dos grupos.

O valor-p associado ao teste F indica a probabilidade de observar um valor de F igual ou maior que o calculado, sob a hipótese nula, de que não há diferença significativa entre os

grupos. Quando o valor-p é menor que o nível de significância adotado ($\alpha=0,05$), rejeita-se a hipótese nula, indicando que pelo menos uma média é significativamente diferente.

Neste trabalho, a ANOVA foi aplicada tanto individualmente em cada perfil quanto de forma geral na topossequência. Em cada Neossolo, os horizontes foram tratados como grupos independentes, com três repetições em cada análise.

3.3.2 Teste de Tukey

O teste de Tukey é um teste “post hoc” (expressão latina que significa "depois disto") utilizado após a realização da ANOVA. A ANOVA apenas indica a existência de diferença significativa entre as médias dos grupos, mas não identifica quais pares de grupos apresentam essas diferenças. O teste de Tukey compara todas as possíveis combinações de médias dos grupos, realizando comparações múltiplas entre todas as combinações possíveis de médias dos grupos, a fim de identificar quais pares de são estatisticamente diferentes (Mohr, Wilson e Freund, 2022; Montgomery; Runger, 2018; Cohen, 1988; Sampaio, 2010).

A diferença mínima significativa (DMS), que determina se as médias entre dois grupos são significativamente diferentes, é calculada pela seguinte Equação 3.24:

$$\Delta = q \frac{\sqrt{MQ_{dentro\ dos\ grupos}}}{\sqrt{r}} \quad (3.24)$$

onde $MQ_{dentro\ dos\ grupos}$ é a média dos quadrados dentro dos grupos, obtida pela ANOVA, q é o valor crítico da amplitude studentizada (que depende do número de grupos, graus de liberdade dentro do grupo e nível de significância), r é o número de repetições por grupos e Δ é a diferença mínima significativa.

A diferença do valor entre a média dos horizontes for maior que o DMS, elas possuem diferença estatística significativa. Caso contrário, não apresentará diferença estatística significativa. Esta comparação deve ser feita par a par. Para o caso de 12 grupos, serão feitas 66 comparações, por este motivo, é necessário utilizar software para auxiliar no procedimento, como a utilização de planilha eletrônica ou software específicos de análise de dados, por exemplo, R Studio.

A comparação é realizada par a par entre as médias dos grupos. Se a diferença do valor entre a média dos horizontes for maior que o DMS, considera-se que existe diferença estatística

significativa entre os grupos. Caso contrário, conclui-se que não há diferença significativa entre as médias comparadas.

3.3.3 Correlação de Pearson

Conforme Freitas (2022), Montgomery e Runger (2018) e Sampaio (2010), a correlação de Pearson é utilizada para medir a relação linear entre duas variáveis aleatórias, principalmente quando essas variáveis são medidas em um mesmo indivíduo. É importante destacar que essa relação não implica, necessariamente, uma relação de causa e efeito, mas apenas uma associação entre as variáveis. Essa associação é quantificada pelo coeficiente de correlação r , dado pela Equação 3.25

$$r = \frac{\sum(x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x_i - \bar{x})^2 \cdot \sum(y_i - \bar{y})^2}} \quad (3.25)$$

onde r é coeficiente de correlação de Pearson, x_i é valor observado da variável x , y_i é valor observado da variável y , $\bar{x}$ é a média dos valores da variável x e $\bar{y}$ é a média dos valores da variável y .

O coeficiente r varia entre -1 e 1. Quanto mais próximo de -1 ou 1, mais forte a correlação. Valores próximos de 1 indicam uma correlação forte positiva, ou seja, à medida que uma variável aumenta, a outra tende a aumentar. Valores próximos de -1 indicam uma correlação forte negativa, ou seja, à medida que uma variável aumenta, a outra tende a diminuir. Valores próximos de 0 indicam ausência de correlação entre as variáveis, ou seja, elas são independentes no contexto linear.

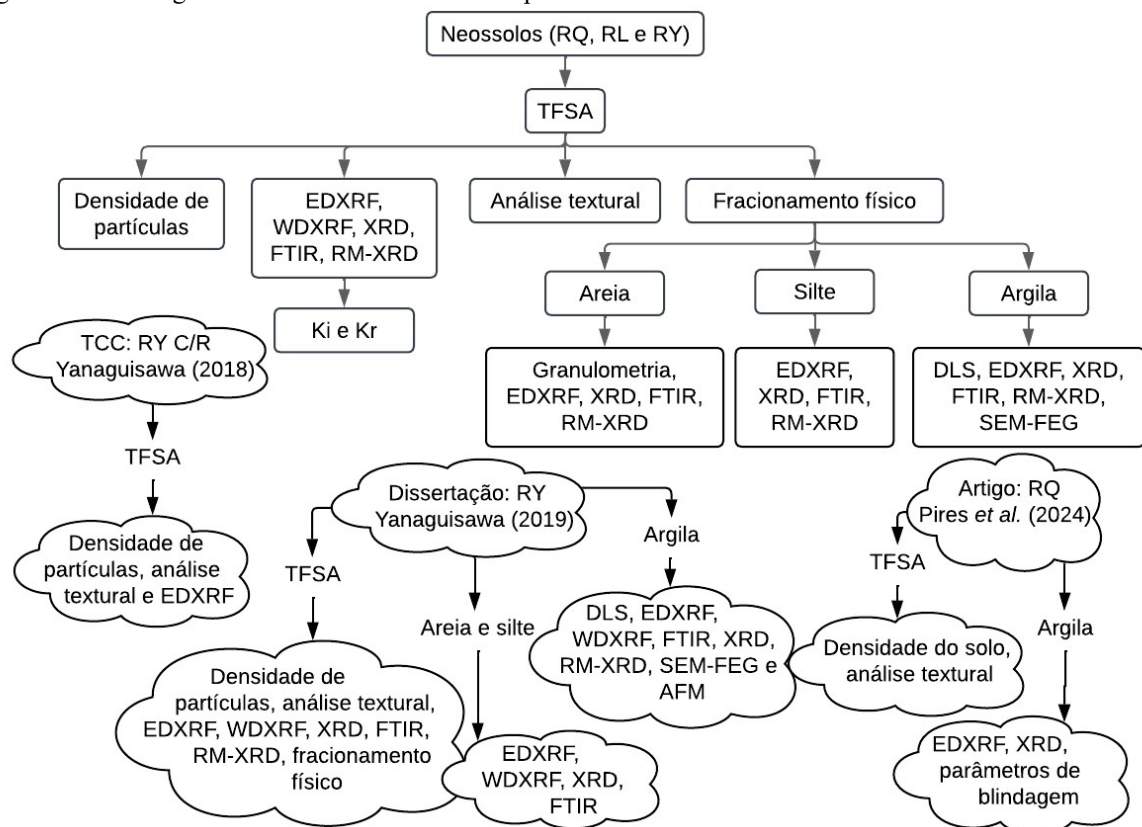
Portanto, a análise estatística com ANOVA e o teste de Tukey são essenciais para identificar semelhanças ou diferenças significativas entre os horizontes da topossequência. Já a correlação de Pearson é utilizada para avaliar a relação entre as propriedades das variáveis, fornecendo informações sobre suas possíveis associações.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Este capítulo apresenta informações pertinentes sobre o material estudado e as técnicas empregadas, abrangendo as condições das amostras, os equipamentos utilizados com suas respectivas configurações, além dos *softwares* para o desenvolvimento deste trabalho.

O percurso deste trabalho segue uma ordem, como ilustrado no fluxograma apresentado na Figura 4.1. As etapas incluem a determinação da densidade de partículas pela picnometria a gás He, análise textural, fracionamento físico, análise granulométrica pela DLS, determinação da composição química elementar e de óxidos pelas técnicas de EDXRF e/ou WDXRF, determinação dos índices de intemperismo Ki e Kr estimados, composição mineral de forma qualitativa pelas técnicas de FTIR e XRD, quantificação da composição mineral pelo RM-XRD e a investigação da morfologia e identificação dos minerais pela SEM-FEG. Por fim, análises estatísticas a fim de subsidiar as correlações entre os resultados com o uso da ANOVA, do teste de Tukey e da correlação de Pearson. Alguns pontos do fluxograma referentes ao trabalho de conclusão de curso de Yanaguisawa (2018), à dissertação de Yanaguisawa (2019) e ao trabalho de Pires *et al.* (2024) serão esclarecidos ao longo da seção seguinte, seção 4.1.

Figura 4.1 – Fluxograma das análises realizadas na presente tese e trabalhos anteriores relacionados

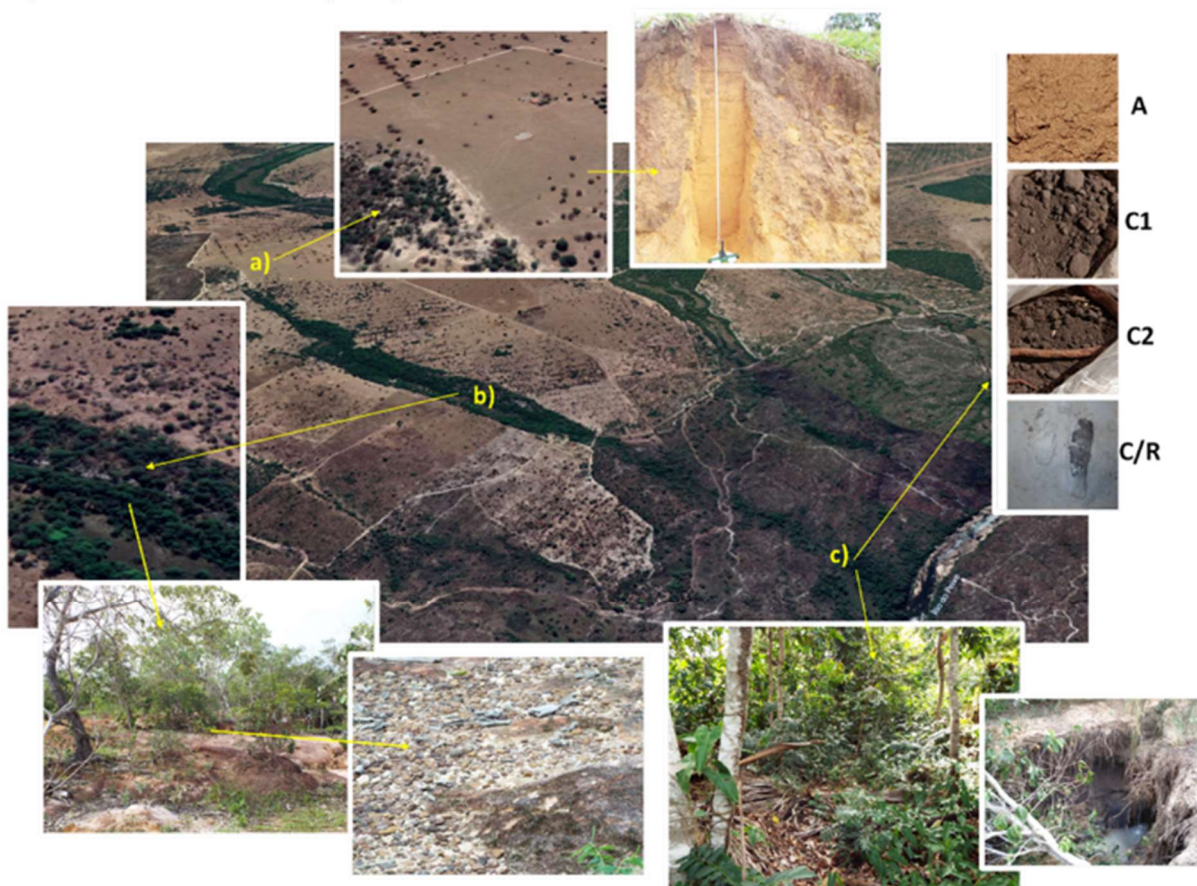


Fonte: O autor

4.1 ASPECTOS DA MORFOLOGIA

O perfil do Fluvisol estudado foi coletado no terço final de um relevo suavemente ondulado, com declive variando de 6 a 9% (Figura 4.2), localizado nas coordenadas 16°30'32" S e 52°22'33" O, no município de Baliza, na Bacia Sedimentar do Paraná, Sub-Bacia Alto Garças, microrregião de Aragarças no estado de Goiás, Brasil. Esta região apresenta solos formados a partir de arenitos, siltitos e folhelhos conforme levantamentos realizados pelo Serviço Geológico do Brasil - CPRM (<http://www.cprm.gov.br/>), sendo predominantemente ocupada por pastagens nativas usadas para pastejo de bovinos em lotes de assentamentos rurais com, em média, 30 a 40 ha.

Figura 4.2 – Localização da topossequência dos Neossolos



Fonte: Arquivo pessoal de Correchel, V. (2019).

A topossequência estudada neste trabalho foi composta por três perfis de Neossolos (Figura 4.2): Neossolo Quartzarênico, Neossolo Litólico e Neossolo Flúvico, localizada na região rural de Baliza, no estado de Goiás. O Neossolo Quartzarênico (RQ), localizado no topo da topossequência, foi coletado na cabeceira da voçoroca, conforme ilustrado na Figura 4.3, e possui horizontes A, AC, CA, C1 e C2. O Neossolo Litólico (RL), localizado em um Área de

Preservação Permanente (APP) ao lado da pastagem, tem material de origem e a formação geológica identificado como arenito, e que nesta região há poucas raízes e há atividades biológicas como de cupins e formigas, além disso, há rochas aparentes, raízes de árvores expostas e cascalhos, conforme apresentado na Figura 4.4, este perfil possui horizontes A, AC e C. O Neossolo Flúvico (RY), localizado ao final da topossequência, é uma região onde possui galhos, cipós e muitas árvores caídas, indicando, além disso, na superfície do solo é observado ramificações de erosões, de acordo com a Figura 4.5, este perfil possui horizontes A, C1, C2 e C/R.

Figura 4.3 – Localização do Neossolo Quartzarênico na cabeceira da voçoroca



Fonte: Arquivo pessoal de Correchel, V. (2019).

Figura 4.4 – Localiza  o do Neossolo Lit lico, dentro da APP na cabeceira da vo oroca



Fonte: Arquivo pessoal de Correchel, V. (2019).

Figura 4.5 – Localização do Neossolo Flúvico, ao fim da topossequência



Fonte: Arquivo pessoal de Correchel, V. (2019).

O primeiro trabalho apresentado para esta topossequência foi relacionado ao horizonte RY C/R, no trabalho de conclusão de curso de Yanaguisawa (2018), cuja análise realizada foi apenas na TFSA. Posteriormente, na dissertação de Yanaguisawa (2019), foi analisado o perfil RY completo, utilizando técnicas adicionais de espectroscopias, microscopias e difração de raios X, além da aplicação RM-XRD exclusivamente na fração argila, deixando como trabalhos futuros a aplicação de RM-XRD em todas as frações. E mais recente, no trabalho de Pires *et al.* (2024), foi analisado o perfil RQ, determinando a densidade do solo e a classificação textural na TFSA, e na fração argila foram realizadas análises químicas por EDXRF, cujo resultado foi analisado estatisticamente e submetido à análise para determinação dos parâmetros de blindagem de radiação. Além disso, foi utilizada a técnica de XRD para identificar a composição mineral.

Vale ressaltar que os três trabalhos foram realizados em amostras de solos de dois perfis RQ e RY que também são estudados no presente trabalho. No entanto, como pode se notar, nos respectivos trabalhos os estudos não se esgotaram. Desta maneira, o trabalho aqui apresentado procura dar continuidade às análises destas amostras de solos, levando em consideração os resultados anteriores a fim de atingir o propósito do estudo para a topossequência. O fluxograma apresentado na Figura 4.1 mostra melhor a situação apresentada com destaque para os estudos que foram feitos anteriormente e concomitantemente com a tese.

4.2 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA E ANÁLISES INICIAIS

Ao receber as amostras coletadas pelo Grupo de Pesquisa de Física Aplicada a Conservação do Solo da Universidade Federal de Goiás, elas foram analisadas no laboratório do grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (FASCA/UEPG). A preparação inicial das amostras consistiu em tamisar o solo em

peneiras com aberturas de 2 mm (10 mesh) e diâmetro de 30 cm (marca *Bertel*). Em seguida, o solo foi colocado em uma estufa (marca *Nova Ética*), com temperatura máxima ajustada para 40 °C, por aproximadamente uma semana, obtendo-se amostras na forma de TFSA.

Na análise inicial, foi determinada a densidade de partículas por picnometria a gás He, no laboratório de Caracterização Físico-Química do Grupo de Pesquisa em Materiais Funcionais e Estruturais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (GPMFE/UEPG), utilizando o picnômetro MVP-D160-E (marca *Quantachrome Instruments*). Para essa análise, foram utilizados 80 g de TFSA, e a análise foi realizada em triplicata, seguindo os mesmos procedimentos descritos por Yanaguisawa (2018) e Yanaguisawa (2019). Para a determinação da densidade de partículas (Equação 3.3), foi utilizado como valor inicial da pressão P_1 , valores próximos de 17 psi, e os valores dos compartimentos como $V_C=149,38540 \text{ cm}^3$ e $V_R=88,8036 \text{ cm}^3$.

A textura do solo foi determinada pelo método da pipeta, conforme descrito no Manual de Métodos de Análise do Solo da EMBRAPA. A análise foi realizada em triplicada, utilizando 20 g de TFSA e 10 mL de dispersante NaOH (1 mol/L) em cada amostra, deixadas em reação por pelo menos 12 horas. Após isso, foi utilizado um agitador ultrassônico (da marca *Sonic*) por 5 minutos, na potência de 10W, para auxiliar na desagregação física das partículas. A fração areia foi retida em uma peneira com abertura de 53 μm (270 mesh, da marca *Bertel*), com auxílio de pulverizador manual durante o processo. A separação entre a fração silte e a fração argila foi realizada por meio de sedimentação, baseada na Lei de Stokes (Equação 3.4), nesta equação, foi utilizado o valor da densidade de partículas obtido na picnometria a gás e a temperatura ambiente no momento das coletas que fornecia a densidade e a viscosidade da água.

Para o fracionamento, a fração areia, retida inicialmente na análise textural, foi separada em intervalos de 2-1 mm, 1-0,25 mm e 0,25-0,053 mm, utilizando peneiras com aberturas de 1 mm (18 mesh) e 0,25 mm (60 mesh). A separação entre a fração silte e a fração argila foi realizada repetindo os procedimentos de sedimentação diversas vezes, até que toda fração argila fosse separada da fração silte. Por fim, na suspensão contendo apenas a fração argila, foi utilizado o floculante CaCl_2 (1 mol/L) para auxiliar a separação entre a fração argila e a água. As frações separadas foram secas na estufa para posteriormente ser pesada. A classificação da textura foi baseada no triângulo textural conforme a classificação do SBCS (Teixeira *et al.*, 2017). O teor de areia compreende partículas de 2-0,053 mm, e este foi separado em frações de 2-1 mm, 1-0,25 mm e 0,25-0,053 mm; a fração silte compreende partículas de 0,053-0,002 mm; e a fração argila, partículas menores que 0,002 mm. Após o fracionamento

físico, as amostras fracionadas e não fracionada (TFSA), foram maceradas em peneiras de 40 µm para prosseguir com outras análises.

A técnica de espalhamento dinâmico de luz foi realizada utilizando Zetasizer Nano Zs 90 (da marca *Malvern*). A fração argila foi preparada em concentrações diferentes de amostra, suspensão contendo 10 mg da fração argila em 100 mL de água ultrapura e outra com 50 mg, que posteriormente agitadas no ultrassom por 10 minutos, na potência de 10 W, e, logo em seguida, levadas para a análise, onde as suspensões antes de serem transferidas para a cubeta do equipamento, eram agitadas com bastão de vidro para evitar a sedimentação, sendo transferida a quantia de 10 mL para as análises. Os resultados foram analisados pelo Zetasizer Software 7.12 (Malvern Panalytical, 2019), observando a distribuição do tamanho de partículas no modo histograma e também pelo relatório geral fornecido pelo equipamento.

Na TFSA, na fração total de areia, na fração silte e na fração argila, foram realizadas análises de determinação da composição química por EDXRF e WDXRF, e análise mineralógica por FTIR, XRD e RM-XRD. Somente na TFSA, foram determinados os índices de intemperismo K_i e K_r estimados, a partir da composição química. Somente na fração argila, foram realizadas análises granulométricas por DLS e morfológicas por SEM-FEG. Somente na fração areia foi determinada o tamanho de partículas por tamisação. Essas são as análises realizadas conforme o fluxograma da Figura 4.1. Por fim, os resultados foram submetidos a análises estatísticas ANOVA, teste de Tukey e correlação de Pearson.

4.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A análise da composição química foi realizada pela técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X nas amostras maceradas e tamisadas com partículas de tamanhos inferiores a 45 µm. Para amostras de TFSA foram utilizadas as duas técnicas, EDXRF e WDXRF. E para amostras das frações areia, silte e argila foi utilizada EDXRF.

A EDXRF foi realizada no laboratório do FASCA/UEPG, utilizando o equipamento Energia EDX-720 (da marca *Shimadzu*). Análise realizada em triplicata em todas as amostras. Para cada análise, foi utilizada aproximadamente 1 g de amostra, e realizada nas faixas de energia entre Na e Sc (5 kV) e entre Ti e U (50 kV), com tempo total de 200 s, sendo 100 s para cada faixa de energia, em ambiente ar, inserindo as amostras no porta-amostra do próprio equipamento. Os resultados são apresentados tanto na forma de elemento como na forma de óxido.

A WDXRF foi realizada no Complexo de Laboratório de Multiusuários da UEPG (C-Labmu), utilizando ZSX Primus II (da marca *Rigaku*). Para esta análise, 500 mg de amostras são prensadas em um molde circular a 40 kN durante 1 minuto para a confecção de pastilhas. As análises foram realizadas em apenas uma amostra de TFSA de cada um dos horizontes dos perfis RQ e do RL.

A análise da composição química pode ser utilizada para determinar os possíveis minerais presentes de forma indireta. Além disso, com os resultados em óxido, foram calculados os índices de intemperismo. Sobre a determinação dos índices de intemperismo, vale ressaltar que eles foram determinados a partir dos teores obtidos dos resultados das análises realizadas por EDXRF e WDXRF, portanto, não seguem a metodologia proposta por Teixeira *et al.* (2017). Por esse motivo, os valores obtidos devem ser considerados estimativas, com o objetivo de comparação com os demais resultados apresentados nesta tese.

4.4 ANÁLISE MINERALÓGICA

As técnicas utilizadas para identificar os minerais de forma qualitativa foram as técnicas FTIR e XRD. Nestas técnicas, as análises foram realizadas em triplicata, na TFSA e cada uma das frações, nas amostras em forma de pó, com partículas com tamanhos inferiores a 45 μm . Estas análises foram realizadas nas dependências do C-Labmu/UEPG.

Na FTIR, as amostras foram preparadas em forma de pastilha, contendo 2 mg de amostra e 100 mg de brometo de potássio KBr, prensada em um molde circular com carga de 60 kN durante 1 minuto. A análise destas pastilhas foi realizada pelo IRPrestige-21 DRS-800 (da marca *Shimadzu*), com configuração do equipamento para a realização da medição no modo absorvância, resolução de 2 cm^{-1} , com 128 varreduras, e em diferentes intervalos de comprimento de número de onda, de 4000 a 400 cm^{-1} e 600 a 240 cm^{-1} . A identificação dos minerais ocorre conforme as regiões de vibração e a forma de vibração, conforme identificados em Gadsden (1975).

O XRD foi realizado pelo difratômetro Ultima IV (da marca *Rigaku*), com análise no modo passo a passo, de 2θ de 0,02°, velocidade de 5 s por passo, na extensão 2θ de 3° a 100°, as configurações de fenda com divergência horizontal de 10 mm, divergência de 1°, espalhamento de 1° e recepção de 0,15 mm, e outras configurações do equipamento como uso de radiação de $\text{CuK}\alpha$, tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. Para a identificação dos minerais presentes, nos difratogramas do XRD foram identificados pelo menos os três picos de difração mais intensos e característicos de cada mineral, que correspondem aos espaços interplanares,

com base nos padrões dos respectivos minerais e que podem ser encontrados em *American Mineralogist Crystal Structure Database* (<https://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>).

Após a análise qualitativa de FTIR e XRD, com as indicações dos prováveis minerais presentes, realizou-se a quantificação mineralógica. O método de Rietveld com uso dos dados de difração de raio X (RM-XRD) foi realizado por meio dos softwares GSAS+EXPGUI. Os CIF (do inglês, *Crystallographic Information File*) utilizados são referentes aos minerais quartzo (Wei, 1935), caulinita (Bish; Von Dreele, 1989), gibbsita (Balan *et al.*, 2006), illita (Drits, 2010), muscovita (Richardson; Richardson, 1982), rutilio (Wyckoff, 1965), magnetita (Wechsler, Lindsley e Prewitt, 1984) e calcita (Graf, 1961), estes CIF podem ser encontrados também em *American Mineralogist Crystal Structure Database* (<https://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>).

Para este refinamento foi utilizado função perfil de Pseudo-Voigt e a função de radiação de fundo com termo cossenoidal da série de Fourier, de acordo com Yanagisawa (2019). O trabalho de Yanagisawa (2019) apresenta as etapas do refinamento no software, incluindo as etapas com ilustrações das interfaces, apresentando inclusive os parâmetros refinados no trabalho.

4.5 ANÁLISE MICROSCÓPICA

A análise microscópica foi realizada utilizando a técnica SEM-FEG nas dependências do C-Labmu/UEPG. Previamente, as amostras foram depositadas em uma fita de carbono de dupla face colada no porta-amostra do microscópio eletrônico, na sequência as amostras foram metalizadas com revestimento de ouro, onde foi utilizado metalizador/pulverizador modelo SC7620 (da marca *Quorum*), a metalização ocorreu à vácuo sob pressão de 2 mbar durante 6 minutos. Para análise, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura MIRA3 (da marca *Tescan*).

A SEM-FEG foi realizada somente nas amostras da fração argila do RQ e RL, obtendo imagens e suas respectivas ampliações com determinação da composição química por EDXRF acoplado do equipamento. O perfil RY teve análises da fração argila realizada por Yanagisawa (2019), determinando a micromorfologia, tamanho de partículas e a composição química de forma pontual e por região, identificando os possíveis minerais. A análise da fração argila foi reforçado com a técnica de microscopia na força atômica (AFM) que também investigou a micromorfologia das amostras e tamanho de partículas. Esta técnica, além da largura das

partículas, permitiam analisar a altura. Os resultados de Yanagisawa (2019) auxiliou na análise das micrografias da fração argila dos perfis RQ e RL.

4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para a análise estatística ANOVA, teste de Tukey e geração de boxplots, foi utilizado o software estatístico R, um software livre, com o ambiente de desenvolvimento RSudio (versão 2024.04.2+764) e pacote Exp.Des.pt.

Primeiramente, os dados foram organizados para aplicação da ANOVA e verificar a existência de grupos significativamente diferente, com significância de 5%. Constatando a diferença, foi aplicado o teste de Tukey, com amplitude total estudentizada, no nível de 5%. Para esta análise, foram consideradas as análises que foram realizadas em triplicata na TFSA, ou seja: densidades de partículas, porcentagem do tamanho de partículas em cinco intervalos diferentes, 2-0,053 mm (fração total), 2-1 mm (intervalo da fração areia), 1-0,25 mm (intervalo da fração areia), 0,25-0,053 mm (intervalo da fração areia), 0,053-0,002 mm (fração silte) e abaixo de 0,002 mm (fração argila), além disso, foram consideradas os elementos químicos determinados na técnica EDXRF de Si, Al, K, Fe, Ti, S e Ca da TFSA, tamanho de partículas da fração argila determinado pelo DLS e os índices de intemperismo Ki e Kr estimados pelo EDXRF.

A correlação de Pearson foi utilizada levando em consideração mais propriedades, incluindo as análises realizadas em uma única repetição, como resultados de RM-XRD, que forneceu a porcentagem de minerais em cada uma de suas amostras da TFSA. A matriz de correlação de Pearson foi gerada pelo Microsoft Excel com a ferramenta de análise de dados.

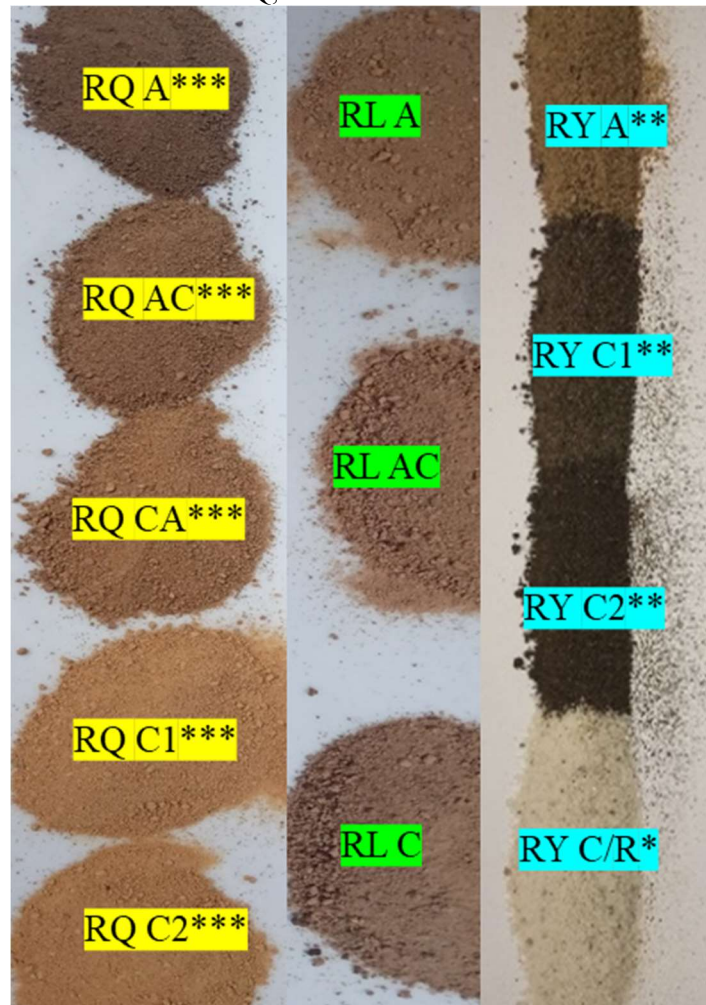
5 RESULTADOS

Neste capítulo, são apresentados os resultados das caracterizações física, química, mineralógica, micromorfológica, além da análise estatística. A ANOVA foi aplicada e, quando constatadas diferença significativa, o teste de Tukey foi utilizado para realizar comparações múltiplas entre as propriedades dos horizontes, tanto separadamente, isto é, para cada perfil, quanto de forma geral, isto é, para toda a topossequência. Essas análises foram aplicadas nos resultados das triplicatas com o intuito de verificar se as propriedades dos horizontes apresentam similaridades estatísticas, investigando relações entre os diferentes horizontes ou indícios de que os perfis compartilham um mesmo material de origem.

5.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

A Figura 5.1 exibe fotos das amostras de TFSA de todos os horizontes analisados. Comparando a coloração visualmente, observa-se que, no perfil RQ, as amostras apresentam uma coloração mais clara com o aumento na profundidade. De acordo com Pires *et al.* (2024), o perfil é arenoso, e a composição química da fração argila, determinada por EDXRF, foi estatisticamente semelhante nos principais óxidos: SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 . Conforme os minerais identificados pela XRD e a análise estatística da composição química, as variações mínimas da composição química não impactaram significativamente os parâmetros de blindagem de radiação. O perfil RL possui menor variação na coloração, porém apresentando apenas três horizontes, o que limita a diferenciação entre os horizontes. O perfil inteiro possui coloração mais próxima aos horizontes RY A e RQ CA, conforme uma análise visual da Figura 5.1. O perfil RY, conforme mencionado por Yanagisawa (2019), possui mais variabilidade, os horizontes escurecem com o aumento da profundidade até o horizonte RY C2, que apresenta o maior teor de argila. No entanto, o último horizonte RY C/R é esbranquiçado, de acordo com Yanagisawa (2018), a composição química determinada por EDXRF, com 91% de teor de Si e 5% de teor de Al na TFSA indica a provável predominância de quartzo e caulinita. A configuração do perfil RY indica a possibilidade dos horizontes RY C1 e RY C2 terem sido soterrados por materiais vizinhos ou por sedimentação, uma vez que estão localizados na parte inferior ao longo da topossequência.

Figura 5.1 – Amostras de TFSA dos perfis RQ, RL e RY pertencentes à mesma topossequência, organizadas em ordem decrescente de altitude: RQ, RL e RY



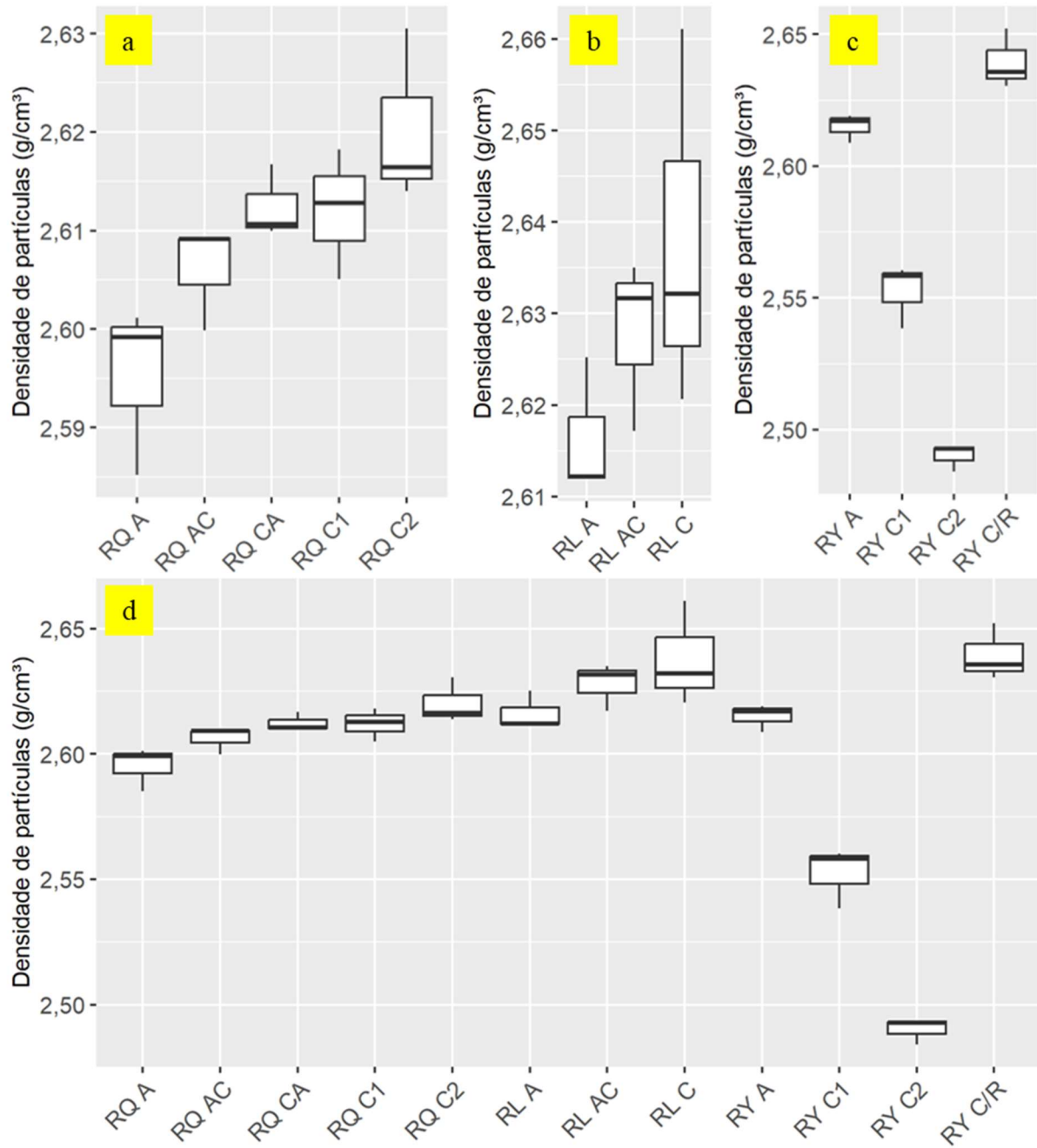
Fonte: O autor

Nota: *Amostra de TFSA do horizonte C/R estudado por Yanaguisawa (2018), * e **Amostra de TFSA e frações granulométricas do perfil RY estudado por Yanaguisawa (2019) e ***Amostra de TFSA e fração argila apresentado do perfil estudado por Pires *et al.* (2024).

5.1.1 Densidade de Partículas, Textura, Classe Textural

A Figura 5.2 apresenta os valores da densidade de partículas determinada pela picnometria a gás He, a comparação dos valores é apresentada usando boxplots da análise de variância separadamente por perfil (Figura 5.2a, 5.2b e 5.2c) e de forma geral com os três perfis (Figura 5.2d), enquanto a Tabela 5.1 resume estes resultados com aplicação do teste de Tukey. Sendo que as letras maiúsculas na Tabela 5.1 indicam grupos estatísticos dentro de um mesmo perfil, analisado separadamente, enquanto as letras minúsculas indicam grupos estatísticos que consideram os três perfis desta topossequência, de forma geral.

Figura 5.2 – Comparação da densidade de partículas de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral



Fonte: O autor

Tabela 5.1 – Densidade de partículas, granulometria e classe textural conforme SBCS. O tamanho das partículas está em mm e a concentração em porcentagem de massa

Horizonte	Profundidade (cm)	Densidade de partículas (g/cm³)	Fração (intervalos de tamanho em mm)						Classe textural
			Areia fracionada			Areia Total	Silte	Argila	
			2-1 (%)	1-0,25 (%)	0,25-0,053 (%)	2-0,053 (%)	0,053-0,002 (%)	0,002 (%)	
Neossolo Quartzarênico – RQ									
A	0-21	2,595(9)Bc	0,3(2)Ac	26,1(6)Ade	52,3(4)ABbc	79(2)Ac**	11(1)Cdef**	11(2)Acd**	Franco Arenoso**
AC	21-42	2,606(5)ABbc	0,9(8)Ac	21(1)Bef	53(2)Abc	75(1)ABc**	13,2(5)Bcd**	11(2)Acd**	Franco Arenoso**
CA	42-65	2,612(4)ABabc	0,3(3)Ac	22(1)Beg	53(1)Abc	75(1)Bcd**	13,4(7)Bcd**	11,5(7)Acd**	Franco Arenoso**
C1	65-125	2,612(7)ABabc	0,5(4)Ac	18(1)Bf	53,2(9)Abc	72(2)Cde**	14(1)ABbcd**	14(1)Ac**	Franco Arenoso**
C2	125+	2,620(9)Aabc	0,7(6)Ac	21(3)Bef	48(2)Bcd	70(1)Ce**	16,1(5)Abc**	13,8(6)Ac**	Franco arenoso**
Neossolo Litólico – RL									
A	0-18	2,616(8)Ac	0,1(2)Bc	31(3)Acd	53(3)ABcd	84,5(9)Bb	11,0(6)Bde	4,5(4)Be	Areia Franca
AC	18-26	2,628(9)Aab	3,9(8)Ab	36(1)Abc	48(2)Bbc	88(2)Aa	8(3)Bef	3(1)Bef	Areia
C	26-50	2,64(2)Aa	0,2(2)Bc	10(4)Bg	59(4)Aab	69(1)Ce	21,9(7)Aa	9,0(3)Ad	Franco arenoso
Neossolo Flúvico – RY									
A	0-12	2,615(5)Babc*	0(0)Bc	22(3)Cef	62(3)Aa	84,2(1)Bb*	7,0(4)Cf*	8,8(4)Cd*	Areia Franca*
C1	12-30	2,55(1)Cd*	0,5(2)Bc	25(3)Cdef	45(3)Bd	70(2)Ce*	12(1)Bde*	17,9(4)Bb*	Franco Arenoso*
C2	30-240	2,490(5)De*	0,6(5)Bc	40(2)Bb	17(1)Df	58(1)Df*	18(2)Ab*	25(1)Aa*	Franco Argiloso Arenoso*
C/R	240+	2,64(1)Aa*	7(1)Aa	57(3)Aa	24(2)Ce	88,4(6)Aa*	11,0(6)Bde*	0,56(7)Df*	Areia*

Fonte: O autor

Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanagisawa (2019) e **Resultados do perfil RQ apresentado por Pires *et al.* (2024).

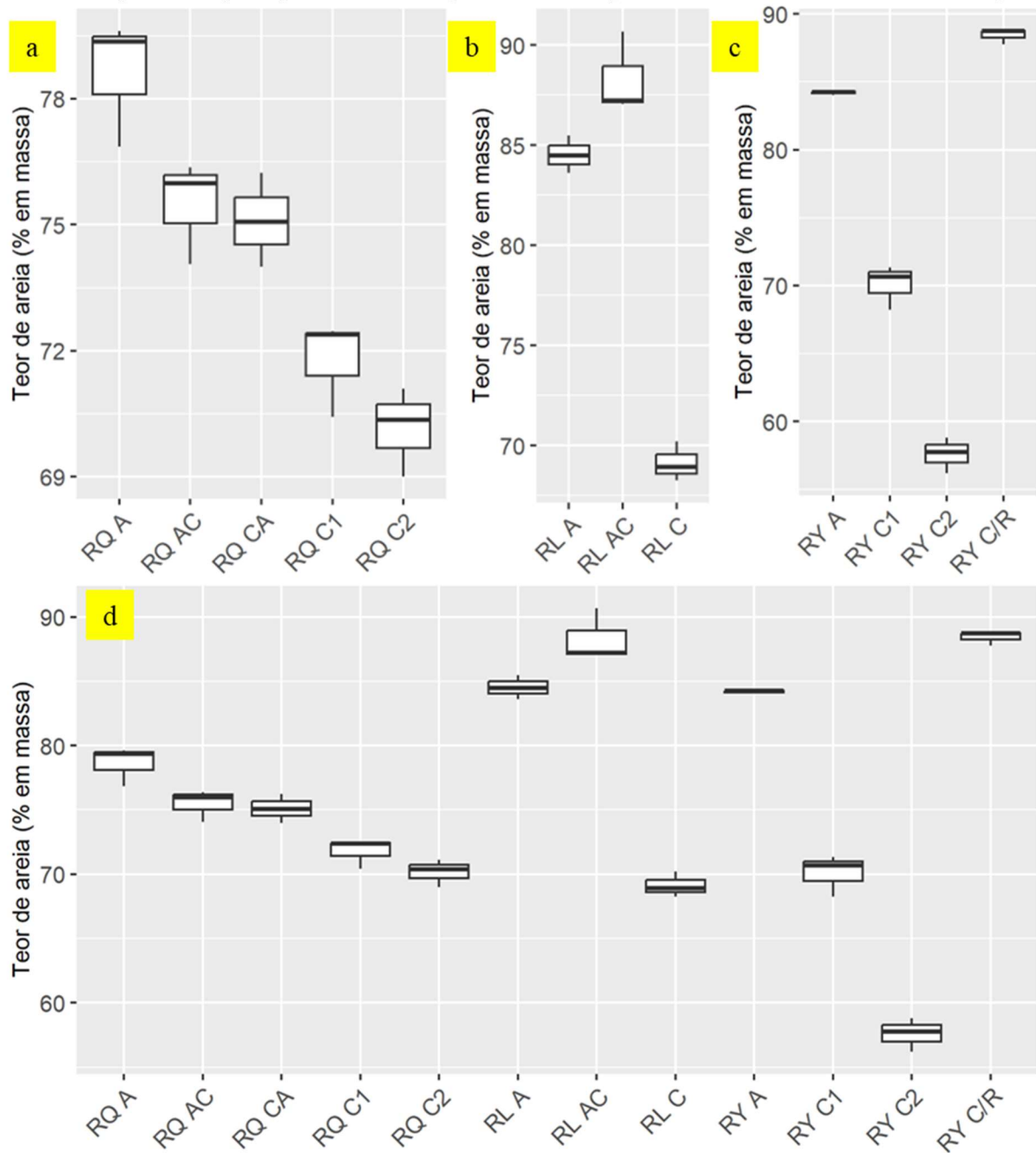
No perfil RQ (Figura 5.2a e Tabela 5.1), observa-se um aumento na densidade de partículas conforme o aumento da profundidade, variando de 2,595 a 2,620 g/cm³. O horizonte RQ A é estatisticamente semelhante aos horizontes subsequentes, com exceção do último horizonte RQ C2, ou seja, os horizontes RQ A e RQ C2 são estatisticamente diferentes. Os horizontes RQ AC, RQ CA e RQ C2 são estatisticamente semelhantes entre si e aos horizontes das extremidades RQ A e RQ C2. No perfil RL (Figura 5.2b e Tabela 5.1), a densidade de partículas também aumenta com a profundidade, variando de 2,616 a 2,640 g/cm³, neste perfil, os três horizontes RL A, RL AC e RL C são estatisticamente semelhantes entre si. No perfil RY (Figura 5.2c e Tabela 5.1), a densidade de partículas apresenta uma tendência de diminuição conforme a profundidade, exceto no último horizonte, onde ocorre um aumento, e todos os horizontes deste perfil são estatisticamente diferentes entre si.

Na comparação da densidade de partículas, de forma geral (Figura 5.1d e Tabela 5.1), observa-se que todos os horizontes do perfil RQ, assim como os horizontes superficiais dos perfis RL e RY, ou seja, horizontes RL A e RY A, são estatisticamente semelhantes (indicados pela letra minúscula “c” na Tabela 5.1). Esse resultado indica que os solos localizados na posição inferior da topossequência foram formados pelo processo de sedimentação, caracterizando um caráter flúvico (Santos, 2018; Weil; Brady, 2017). Os horizontes RL A e RY A compartilham o mesmo material de origem, proveniente do solo do perfil RQ. Além disso, nos perfis RL e RY, os horizontes subjacentes aos horizontes superficiais são estatisticamente diferentes, indicando possível presença de horizontes estratificados.

Ainda comparando na forma geral, os últimos três horizontes do perfil RQ, horizontes RQ CA, RQ C1 e RQ C2, e os horizontes de maior profundidade dos perfis RL e RY, ou seja, os horizontes RL C e RY C/R, também são estatisticamente semelhantes (indicados pela letra minúscula “a” na Tabela 5.1). Esse resultado corrobora a hipótese de que os perfis compartilham o mesmo material de origem e que tiveram o início de sua formação mesmo material parental (Weil; Brady, 2017; Foth, 1990). Somente dois horizontes não apresentaram semelhança estatística com nenhum outro horizonte, sendo os RY C1 e RY C2, com valores respectivamente de 2,550 g/cm³ e 2,490 g/cm³, e os demais horizontes, os valores foram superiores a 2,595 g/cm³.

O teor de areia total, que corresponde ao tamanho de partículas no intervalo de 2-0,053 mm, é expresso em porcentagem de massa em relação à TFSA. Os resultados estão apresentados na Tabela 5.1 como - Areia Total - e na Figura 5.3.

Figura 5.3 – Comparação do teor de Areia Total, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral



Fonte: O autor

No perfil RQ (Figura 5.3a e Tabela 5.1), o teor de areia diminui com a profundidade, variando de 79% no horizonte RQ A para 70% no horizonte RQ C2. O horizonte RQ A é estatisticamente semelhante ao horizonte RQ AC, mas difere dos horizontes mais profundos. O horizonte RQ AC também é semelhante ao RQ CA, porém ambos diferem dos demais horizontes mais profundos, horizontes RQ C1 e RQ C2, que por sua vez, são estatisticamente semelhantes entre si.

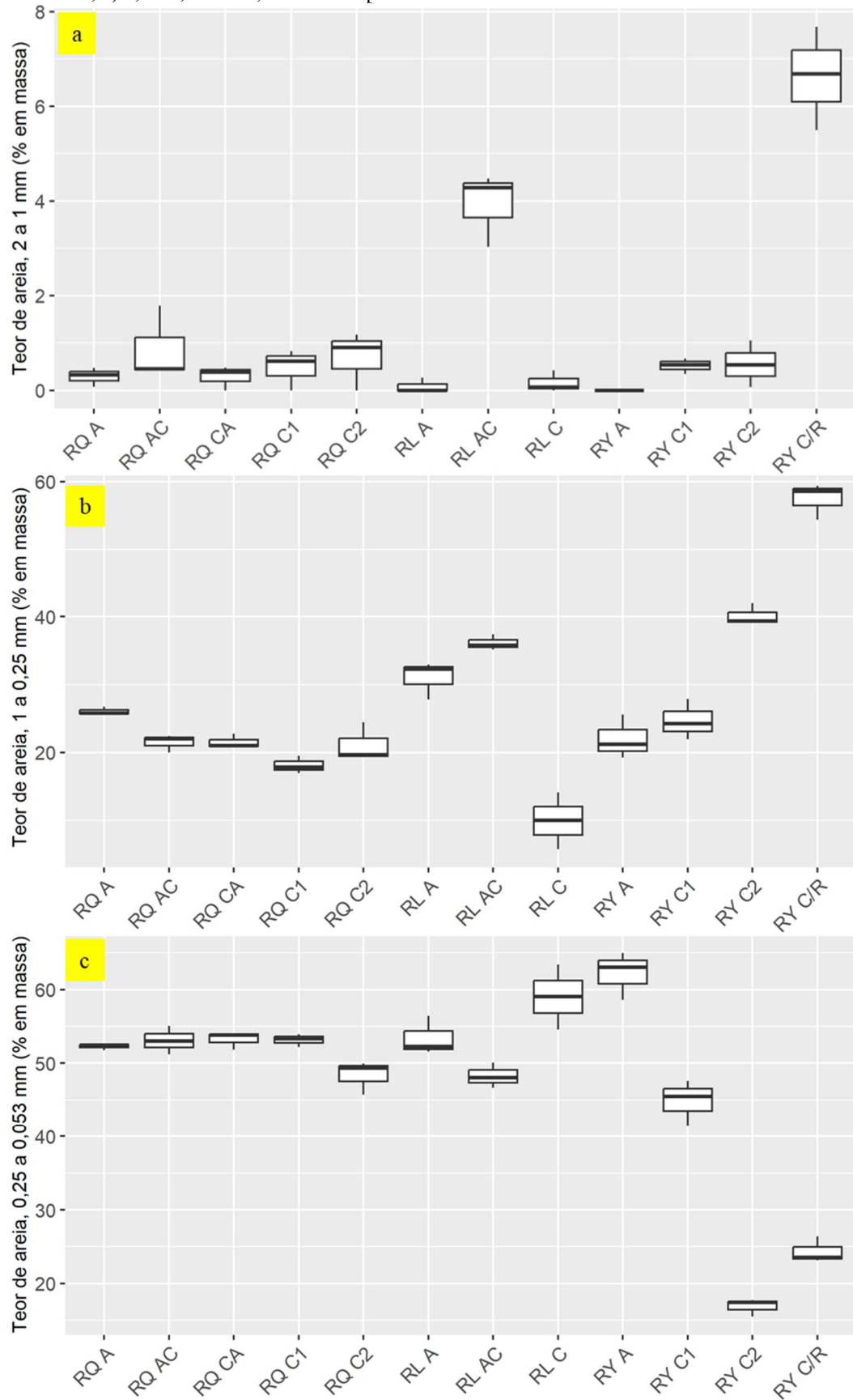
No perfil RL (Figura 5.3b), o teor de areia aumenta no horizonte intermediário RL AC e diminui no horizonte mais profundo RL C, com valores de 84,5%, 88% e 69%, respectivamente. Todos os horizontes deste perfil são estatisticamente diferentes entre si, indicando uma variação significativa ao longo da profundidade. Esse resultado indica possível presença de horizontes estratificados

No perfil RY (Figura 5.3c), observa-se uma diminuição do teor de areia com a profundidade até o horizonte RY C2, com teor de 58%, seguida por um aumento no horizonte mais profundo RY C/R, com teor de 88,4%. E todos os horizontes deste perfil também são estatisticamente diferentes entre si, também com resultado indicando possível presença de horizontes estratificados.

Na comparação de forma geral (Figura 5.3d), os três primeiros horizontes do perfil RQ, horizontes RQ A, RQ AC e RQ CA, são estatisticamente semelhantes entre si, mas diferem dos horizontes superficiais dos perfis RL e RY, horizontes RL A e RY A, respectivamente, que são, por sua vez, estatisticamente semelhantes entre si. Esse resultado indica o caráter flúvico apenas no perfil RY, localizado ao final da topossequência. Nos horizontes de maior profundidade, os horizontes RQ C2 e RL C são estatisticamente semelhantes, mas ambos diferem significativamente do horizonte RY C/R. Esse resultado indica que o perfil intermediário (RL) compartilha propriedades nos horizontes de maior profundidade com o primeiro perfil (RQ) e compartilha propriedades nos horizontes superficiais apenas com o último perfil (RY).

A Figura 5.4 apresenta a comparação de forma geral dos perfis RQ, RL e RY para os teores de areia fracionada nos intervalos de tamanho de partículas de 2-1 mm, 1-0,25 mm e 0,25-0,053 mm. Os respectivos teores, expressos em relação à TFSA, estão indicados na Tabela 5.1 e com análise estatística realizada separadamente.

Figura 5.4 – Comparação de forma geral dos teores de areia fracionada, em porcentagem de massa em relação à TFSA, entre os perfis RQ, RL e RY, nos intervalos de tamanho de partículas: a) 2-1 mm, b) 1-0,25 mm, c) 0,25-0,053 mm, usando boxplots



Fonte: O autor

No intervalo de 2-1 mm (Figura 5.4a e Tabela 5.1), analisando separadamente o perfil RQ, todos os horizontes são estatisticamente semelhantes entre si, no perfil RL, apenas o horizonte RL AC é estatisticamente diferente dos demais, enquanto no perfil RY, apenas o horizonte RY C/R é estatisticamente diferente dos demais. Na comparação de forma geral, os horizontes RL AC e RY C/R apresentaram maiores teores de 3,9% e 7,0%, respectivamente, enquanto os demais valores são inferiores a 0,9%. No horizonte superficial RY A, não foram encontradas partículas neste intervalo durante a análise, todo material passou pela peneira de 1 mm de abertura. Os horizontes superficiais RQ A, RL A e RY A, mostraram ser estatisticamente semelhantes entre si, indicando o caráter flúvico nos perfis RL e RY, resultante do processo de sedimentação. Nos horizontes de maior profundidade, apenas os horizontes RQ C2 e RL C apresentaram semelhanças estatísticas entre si, mas ambos diferiram do horizonte de maior profundidade do perfil RY, horizonte RY C/R.

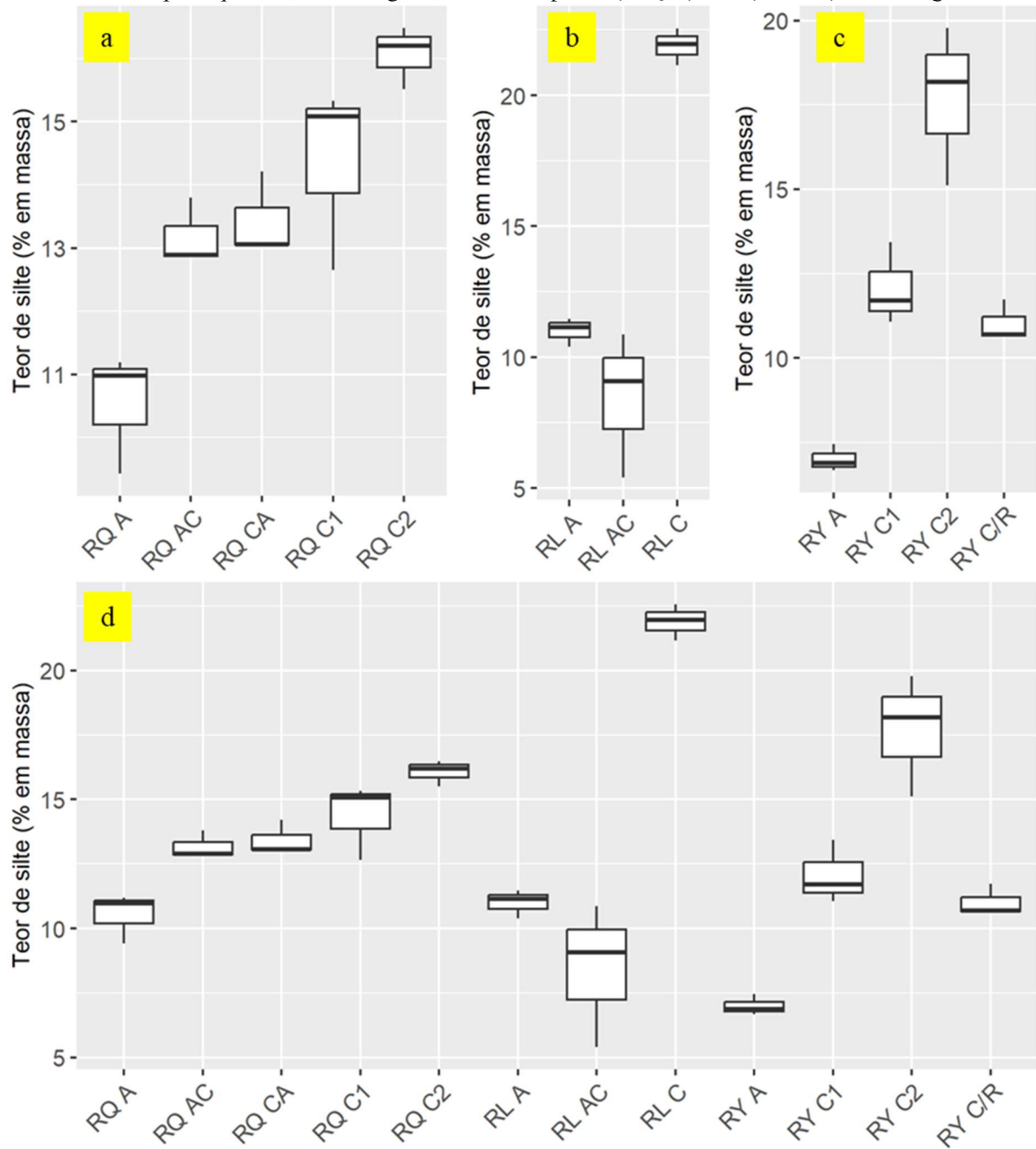
No intervalo de tamanho de partículas de 1-0,25 mm (Figura 5.4b e Tabela 5.1), analisando separadamente cada perfil, o perfil RQ possui apenas o horizonte superficial estatisticamente diferente dos demais, e observa-se que os valores diminuem conforme o aumento da profundidade, exceto no último horizonte que ocorre um aumento. Os teores variam entre 18 e 26,1%, e os demais horizontes são estatisticamente semelhantes entre si. No perfil RL, apenas o horizonte de maior profundidade é estatisticamente diferente dos demais, com os dois primeiros horizontes próximo da superfície, horizontes RL A e RL AC, sendo semelhantes entre si. Neste perfil, os teores variam entre 10 e 36%. No RY, os dois primeiros horizontes, RY A e RY C1, são estatisticamente semelhantes entre si, mas diferem dos outros dois mais profundos, que também são estatisticamente diferentes entre si, com os teores que aumentam estritamente conforme o aumento da profundidade, de 22 a 57%. E, analisando de forma geral, o horizonte superficial do RQ é estatisticamente semelhante aos horizontes superficiais do RL e RY, embora RL A e RY A diferem estatisticamente entre si.

No intervalo de 0,25-0,053 mm (Figura 5.4c e Tabela 5.1), no perfil RQ, o horizonte RQ A é estatisticamente semelhante aos demais horizontes do perfil, exceto para o horizonte RQ C2, que é semelhante apenas ao horizonte RQ A, o teor de areia neste intervalo, varia entre 48 e 53,2%, dentro da TFSA. No RL, o horizonte superficial RL A é semelhante aos demais, porém o horizonte RL C difere do horizonte RL AC, neste perfil. Os teores variam entre 48 e 59%. No perfil RY, todos os horizontes são estatisticamente diferentes entre si, o teor de areia neste intervalo diminui conforme o aumento da profundidade, ocorrendo um aumento no último horizonte, horizonte RY C/R, com teores que variam entre 17 e 62%. Na análise de forma geral, apenas os horizontes superficiais RQ A e RL A mostraram ser estatisticamente semelhantes,

enquanto todos os horizontes de maior profundidade apresentaram diferenças estatísticas significativas entre si.

O teor de silte refere-se à fração de partículas entre 0,053-0,002 mm e os resultados estão apresentados na Figura 5.5 e na Tabela 5.1.

Figura 5.5 – Comparação do teor de silte, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral



Fonte: O autor

Analisando separadamente o perfil RQ (Figura 5.5a e Tabela 5.1), o teor de silte aumenta gradativamente com o aumento da profundidade, variando de 11% no horizonte RQ

A até 16,1% no horizonte RQ C2. Na comparação estatística, apenas o horizonte superficial RQ A é estatisticamente diferente dos demais horizontes. Os horizontes intermediários RQ AC, RQ CA e RQ C1 são estatisticamente semelhantes entre si, enquanto os apenas os horizontes de maior profundidade, horizontes RQ C1 e RQ C2, são semelhantes entre si.

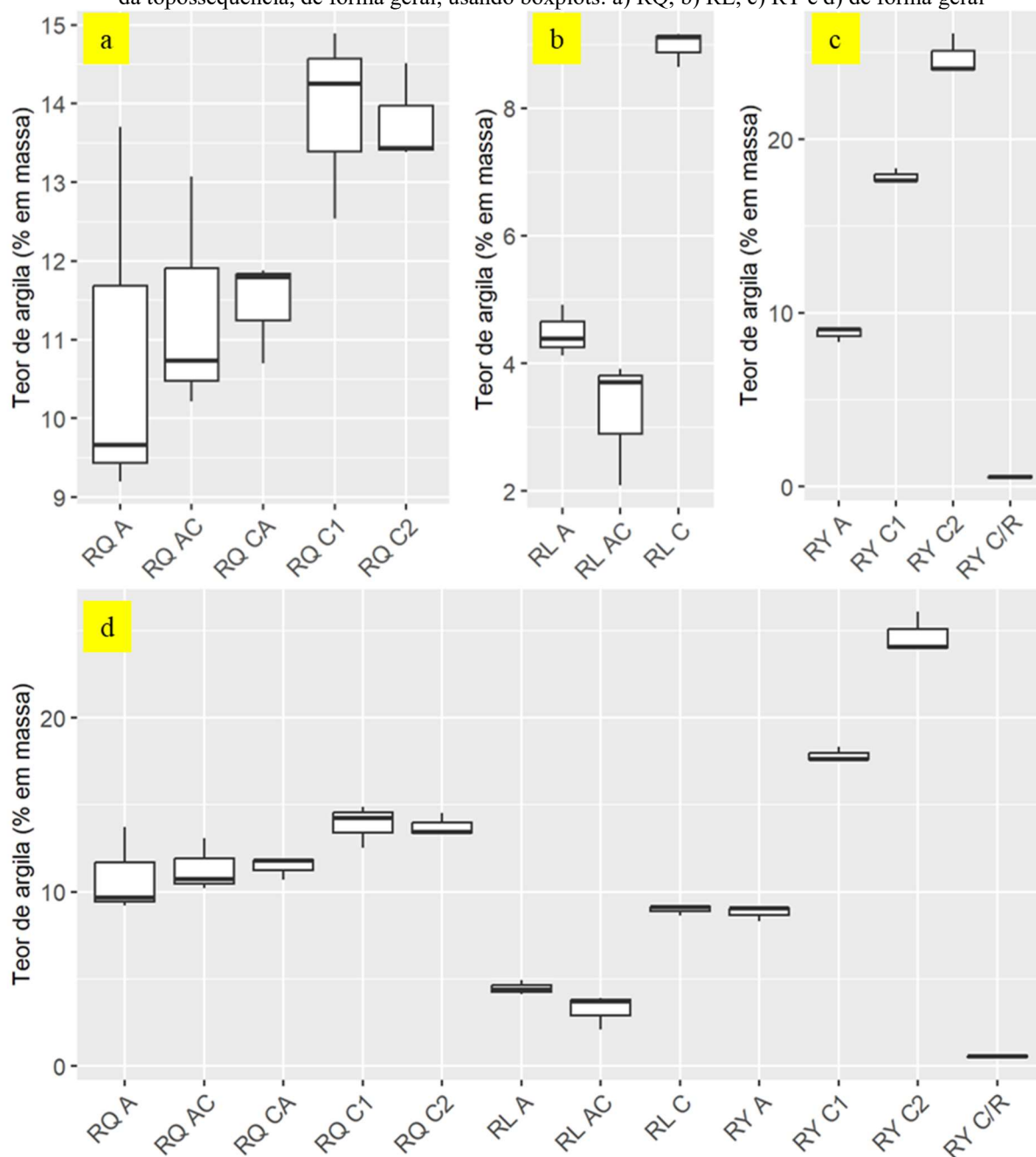
No perfil RL (Figura 5.5b e Tabela 5.1), os dois primeiros horizontes, horizontes RL A e o RL AC, são estatisticamente semelhantes, com teores de silte de 11% e 8%, respectivamente. Ambos diferem estatisticamente do horizonte mais profundo, RL C, que apresenta um aumento significativo, atingindo 21,9%, o maior teor de silte observado na toposequência.

No perfil RY (Tabela 5.1 e Figura 5.5c), o teor de silte diminui conforme a profundidade até o horizonte RY C2, seguido por um aumento no último horizonte, RY C/R, possuindo valores entre 7 e 18%. Somente os horizontes RY C1 e RY C/R são estatisticamente semelhantes entre si, enquanto os horizontes RY A e RY C2 diferem estatisticamente dos demais.

Na comparação de forma geral (Tabela 5.1 e Figura 5.5d), o horizonte superficial do perfil RQ, horizonte RQ A, é estatisticamente semelhante aos horizontes superficiais dos perfis RL e RY, horizontes RL A e RY A, mostrando possível caráter flúvico do solo, formado pelo processo de sedimentação. No entanto, os horizontes superficiais RL A e RY A diferem entre si, o resultado indica que o teor de silte do horizonte RQ A possui valor intermediário entre os teores de silte dos horizontes superficiais RL A e RY A.

O teor de argila é referente à fração com tamanhos de partículas inferiores a 0,002 mm e os resultados são apresentados na Figura 5.6 e na Tabela 5.1.

Figura 5.6 – Comparação do teor de argila, em porcentagem de massa, de cada perfil, separadamente, e entre perfis da topossequência, de forma geral, usando boxplots: a) RQ, b) RL, c) RY e d) de forma geral



Fonte: O autor

Analisando separadamente, no perfil RQ (Figura 5.6a e Tabela 5.1), o teor de argila aumenta com a profundidade, variando de 11% no horizonte RQ A até 13,8% no horizonte RQ C2. Os teores de argila apresentam valores próximos aos teores de silte nos respectivos horizontes. Na análise estatística, todos os horizontes são estatisticamente semelhantes entre si, indicando uma relativa homogeneidade na distribuição de argila ao longo do perfil.

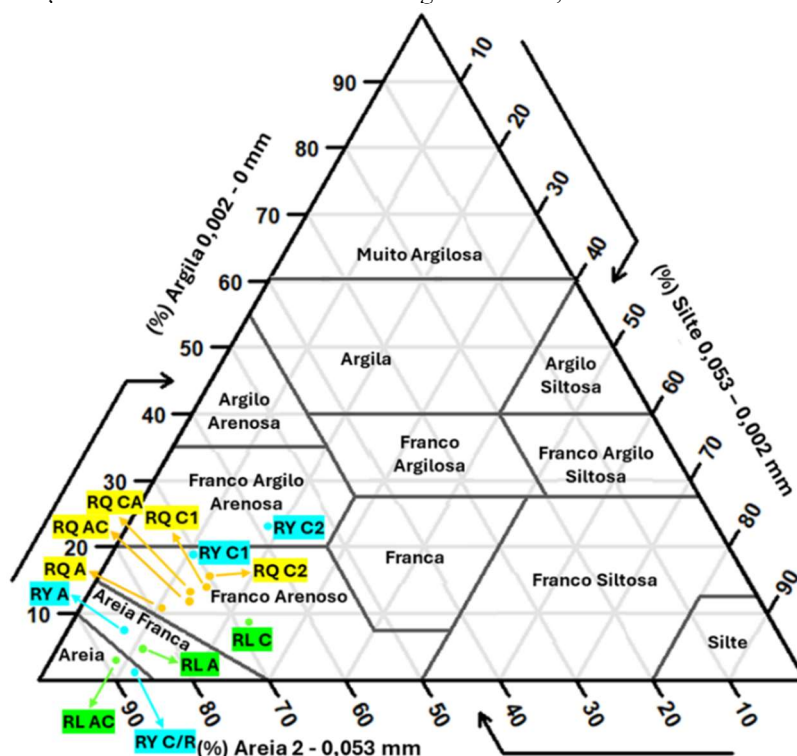
No perfil RL (Figura 5.6b e Tabela 5.1), os primeiros horizontes, RL A e RL AC, são estatisticamente semelhantes, mas diferem estatisticamente do horizonte mais profundo, horizonte RL C. Os teores de argila neste perfil variam entre 3% e 9%.

No perfil RY (Figura 5.6c e Tabela 5.1), o teor de argila aumenta com a profundidade, variando de 8,8% no horizonte RY A até 25% no horizonte RY C2. Entretanto, ocorre uma diminuição drástica no último horizonte, horizonte RY C/R, apresentando valor de apenas 0,56%, sendo este o horizonte de menor teor de argila da topossequência. Neste perfil, todos os horizontes são estatisticamente diferentes entre si, mostrando a possível formação de horizontes estratificados.

Analisando de forma geral (Figura 5.6d e Tabela 5.1), os horizontes do perfil RQ são estatisticamente semelhantes entre si, e os horizontes superficiais são estatisticamente semelhantes apenas no RQ A e RY A, ambos estatisticamente diferente do horizonte RL A. Todos os horizontes de maior profundidade são estatisticamente diferentes.

Ainda na Tabela 5.1, de acordo com a classificação da SBCS, os teores das frações da TFSA (areia total, silte e argila) determinam as suas respectivas classes texturais do solo, conforme indicado no triângulo textural, apresentado na Figura 5.7.

Figura 5.7 – Classificação textural dos horizontes no triângulo textural, conforme SBCS



Fonte: O autor

Nota: O resultado do horizonte RY C/R foi apresentado primeiro por Yanaguisawa (2018), os horizontes RY A, RY C1 e RY C2 por Yanaguisawa (2019) e todos os horizontes do perfil RQ por Pires *et al.* (2024)

A classificação textural do perfil RQ foi determinada primeiramente no trabalho de Pires *et al.* (2024), que classificou o perfil como solo arenoso, com classificação textural de Areia Franca no horizonte RQ A e Franco Arenoso nos demais horizontes. Neste trabalho, conforme os teores da Tabela 5.1, o perfil RQ foi inteiramente classificado como solo Franco Arenoso, com as indicações dos horizontes desse perfil localizadas próximas entre si dentro triângulo textural. O perfil RL apresentou maior variabilidade, com classificações distintas para seus horizontes: Areia Franca, Areia e Franco Arenoso, com as indicações dentro do triângulo textural mais dispersas. O perfil RY, teve a classificação textural determinada primeiramente no trabalho de Yanagisawa (2018, 2019), e conforme a Tabela 5.1, todos os horizontes apresentaram classificações diferentes, variando entre Areia Franca, Franco Arenoso, Franco Argiloso Arenoso e Areia, evidenciando maiores diferenças na classe textural ao longo do perfil.

Na comparação dos horizontes superficiais, os horizontes RL A e RY A foram classificados na mesma classe textural, Areia Franca. O horizonte superficial do perfil RQ, horizonte RQ A, embora classificado como Franco Arenoso, teve sua classificação no triângulo textural muito próxima da fronteira com a classe Areia Franca (Figura 5.7), sugerindo que os teores de areia, silte e argila entre os horizontes superficiais são similares entre os horizontes superficiais RQ A, RL A e RY A.

Nos horizontes de maior profundidade, os horizontes RQ C2 e RL C foram classificados como Franco Arenoso. No entanto, o horizonte mais profundo do perfil RY, o horizonte RY C/R, foi classificado como Areia, com sua indicação no triângulo textural afastada da classe Franco Arenoso (Figura 5.7), evidenciando diferenças consideráveis na classificação textural comparado aos perfis RQ e RL.

5.1.2 Tamanhos de Partículas da Fração Argila

As Tabelas 5.2 e 5.3 apresentam os resultados obtidos pela técnica DLS, com amostras de fração argila preparadas em suspensão com duas concentrações diferentes: 10 mg e 50 mg de argila em 100 mL de água ultrapura. A porcentagem do tamanho de partículas foi dividida em intervalo a seguir: superior a 2 μm , 2-1,5 μm , 1,5-1 μm , 1-0,5 μm e inferior a 0,5 μm . Além disso, as tabelas incluem os valores médios do tamanho das partículas e o índice de polidispersividade (PDI).

Tabela 5.2 – Porcentagem de tamanho de partículas da fração argila em intervalos de diâmetros, tamanho média das partículas, em μm , e índice de polidispersividade, em amostra de 10 mg preparada em 100 mL de água ultrapura

Diâmetro (μm) 10 mg/100 mL							
Amostra	>2	2-1,5	1,5-1	1-0,5	<0,5	Média (μm)	PDI
Neossolo Quartzarênico – RQ							
RQ A	0,8(7)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	6(4)Abc	94(4)Aab	0,309(17)Ade	0,43(2)Abcdef
RQ AC	2(3)Ac	0(0)Ac	0,3(6)Ac	8(13)Abc	90(16)Aab	0,312(8)Ade	0,38(2)Adef
RQ CA	3(2)Ac	0(0)Ac	0,4(6)Ac	9(8)Abc	87(10)Aab	0,285(5)Bde	0,39(8)Acdef
RQ C1	2(1)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	98(2)Aa	0,244(5)Ce	0,35(2)Aef
RQ C2	3(1)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	97(1)Aa	0,251(3)Ce	0,32(3)Af
Neossolo Litólico – RL							
RL A	0(0)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	16(3)Aabc	84(3)Aab	0,885(52)Aa	0,81(6)Aa
RL AC	0(0)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	24(9)Aab	76(9)Abc	0,613(53)Bb	0,6(1)Bb
RL C	0(0)Ac	0(0)Ac	0(0)Ac	17(7)Aabc	83(7)Aab	0,533(16)Bbc	0,52(4)Bbcd
Neossolo Flúvico – RY							
RY A	14(4)ABa*	8,4(8)Aa*	14(3)Ab*	24(3)Aab*	39(3)Bde*	0,494(14)Bc*	0,47(2)BCbcde*
RY C1	12(5)ABab*	6(1)ABb*	15(3)Ab*	31(5)Aa*	36(2)Be*	0,532(14)Bbc*	0,54(7)Bbc*
RY C2	6(1)Bbc*	1(2)Cc*	5(3)Bc*	29(4)Aa*	58(4)Acd*	0,347(11)Cd*	0,42(5)Cbcdef*
RY C/R	16(1)Aa*	4(1)BCb*	22(3)Aa*	34(4)Aa*	24(4)Ce*	0,808(65)Aa*	0,72(2)Aa*

Fonte: O autor

Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Tabela 5.3 – Porcentagem de tamanho de partículas da fração argila em intervalos de diâmetros, tamanho média das partículas, em μm , e índice de polidispersividade, em amostra de 50 mg preparada em 100 mL de água ultrapura.

Diâmetro (μm) 50 mg/100 mL							
Amostra	>2	2-1,5	1,5-1	1-0,5	<0,5	Média (μm)	PDI
Neossolo Quartzarênico - RQ							
RQ A	2(2)Aab	1(2)Aa	3(4)Ab	20(4)Abcd	74(4)Aabc	0,275(6)BCd	0,29(1)Cabcd
RQ AC	1,8(5)Aab	0(0)Aa	0(0)Ab	9(8)Ad	90(8)Aa	0,277(9)Bd	0,40(4)Aa
RQ CA	3,1(6)Aa	0(0)Aa	0,1(2)Ab	20(5)Abcd	77(5)Aabc	0,315(12)Acd	0,36(2)ABab
RQ C1	3(2)Aab	0,03(6)Aa	1(2)Ab	9(7)Ad	87(9)Aab	0,248(5)Dd	0,31(2)BCabc
RQ C2	2(2)Aab	0(0)Aa	0,1(2)Ab	11(12)Acd	87(10)Aab	0,256(4)CDd	0,28(2)Cabcd
Neossolo Litólico - RL							
RL A	0(0)Ab	0(0)Aa	0(0)Ab	45(12)Aabc	55(12)Abcd	0,482(37)Ab	0,17(2)Acde
RL AC	1(2)Aab	0(0)Aa	0(0)Ab	47(10)Aab	52(8)Acd	0,496(9)Ab	0,19(4)Abcde
RL C	0,5(8)Aab	0(0)Aa	0(0)Ab	43(8)Aabcd	57(7)Aabcd	0,487(5)Ab	0,19(7)Abcde
Neossolo Flúvico - RY							
RY A	0(0)Ab*	0(0)Aa*	1,1(9)Bb*	55(29)Aab*	44(30)Acd*	0,496(118)Bb*	0,12(8)Ade*
RY C1	0(0)Ab*	0,1(2)Aa*	4(5)Bb*	61(10)Aa*	35(8)Abd*	0,509(51)Bb*	0,1(1)Ade*
RY C2	0(0)Ab*	0(0)Aa*	0,3(5)Bb*	41(10)Aabcd*	59(10)Aabcd*	0,433(43)Bbc*	0,09(6)Ae*
RY C/R	0(0)Ab*	0(0)Aa*	28(9)Aa*	71(10)Aa*	0(0)Be*	0,880(53)Aa*	0,16(9)Acde*

Fonte: O autor

Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

Na amostra de menor concentração, com 10 mg (Tabela 5.2), as partículas com tamanho superior a 2 μm no perfil RQ apresentaram valores entre 0,8 e 3%, ou seja, um tamanho de partículas acima do esperado para a fração argila. Durante o fracionamento físico para a obtenção da fração argila, as partículas tendem a aglutinar durante a etapa de remoção de água e secagem. Após a secagem, as amostras são maceradas e tamisadas em uma peneira com malha de 45 μm , sendo posteriormente submetidas à agitação por ultrassom para complementar a desagregação das partículas. Esses fatores, principalmente pela secagem, justificam a presença de partículas maiores que 2 μm na fração argila, incluindo a etapa da coleta de partículas maiores durante o fracionamento físico, entre a separação da fração argila da fração silte, como outro fator.

O tamanho de partículas do RQ foi predominante nos diâmetros inferiores a 0,5 μm , com valor entre 87 e 97%. Em todos os intervalos os horizontes são estatisticamente semelhantes entre si, tanto na análise realizada separadamente quanto de forma geral.

No perfil RL, o intervalo de diâmetro inferior a 0,5 μm também foi predominante, com valores entre 76% e 84%, enquanto o restante se encontra no intervalo de 1-0,5 μm , variando entre 16 e 24%. Assim como no perfil RQ, os horizontes do perfil RL são estatisticamente semelhantes em todos os intervalos de tamanho de partículas, tanto na análise realizada separadamente quanto de forma geral.

No perfil RY, a distribuição do tamanho de partículas entre foi maior, sendo encontrados valores expressivos em todos os intervalos. Além disso, as partículas com tamanho superior a 2 μm apresentaram valores mais elevados, variando de 6 a 16%. A distribuição dos tamanhos de partículas diminui à medida que o diâmetro aumenta, exceto no intervalo superior a 2 μm , onde os valores são maiores.

O tamanho médio das partículas foi menor no perfil RQ, variando entre 0,285 μm e 0,312 μm . No perfil RL, os valores foram maiores, entre 0,533 μm e 0,885 μm . No perfil RY, os valores variaram de 0,347 μm a 0,808 μm . Todos os tamanhos médios observados estão dentro do intervalo esperado para a fração argila.

A maioria das amostras apresentou um índice de polidispersividade (PDI) que indica ser amostras moderadamente polidisperso e altamente polidisperso e, PDI acima de 0,1. Os horizontes com maior PDI, os horizontes RL A e RY C/R, 0,81 e 0,72, são os horizontes com maiores tamanhos médios de partículas, 0,885 e 0,808 μm , respectivamente. Estes valores estão de acordo com Schadosin *et al.*, (2023) que utilizou a mesma metodologia, encontrando tamanho tamanhos médios entre 0,27 e,87 μm e PDI de 0,32 a 0,73 em um Cambissolo.

De forma geral, em todos os intervalos, os horizontes superficiais RQ A e RL A são estatisticamente semelhantes, incluindo o tamanho médio de partícula e o PDI. O horizonte RY A mostrou semelhança estatística apenas no intervalo de partículas de 1-0,5 μm , analisando separadamente e de forma geral.

Na análise com maior concentração, com 50 mg (Tabela 5.3), a distribuição dos tamanhos de partículas entre os intervalos foi mais ampla, mas os valores encontrados foram relativamente baixos. Ao analisar separadamente cada perfil, observa-se que a maioria dos horizontes foi estatisticamente semelhante em diversos intervalos de tamanho de partículas. No entanto, no perfil RY, diferenças estatísticas foram encontradas nos intervalos de 1,5-1 μm e inferior a 0,5 μm , onde os três primeiros horizontes, RY A, RY C1 e RY C2, foram estatisticamente semelhantes entre si, mas diferiram do horizonte mais profundo, RY C/R, nos dois intervalos citados.

Os valores do tamanho médio de partículas seguiram a mesma tendência observada na análise de menor concentração. No perfil RQ, o valor encontrado foi entre 0,248 e 0,315 μm . No perfil RL, os tamanhos médios ficaram entre 0,482 μm e 0,496 μm e enquanto no perfil RY, os valores oscilaram de 0,433 μm a 0,880 μm . Todos os horizontes foram classificados como moderadamente polidispersos, PDI entre 0,1 e 0,4, com exceção do horizonte RY C2, que indicou PDI menor que 0,1, considerado como monodisperso.

Na análise de forma geral, todos os horizontes superficiais, horizontes RQ A, RL A e RY A, foram estatisticamente semelhantes entre si em cada intervalo de tamanho de partículas estabelecido, diferentemente do que foi observado na análise de menor concentração, onde apenas os horizontes superficiais RQ A e RL A mostraram ser estatisticamente semelhantes. Em relação ao tamanho médio de partículas, apenas os horizontes RL A e RY A apresentaram semelhança estatística. E em relação ao PDI, os três horizontes superficiais são estatisticamente semelhantes entre si. O que mostra uma distribuição similar de tamanhos de partículas nesses horizontes.

Ambas as concentrações mostraram resultados semelhantes, com exceção do PDI. Na concentração de 10 mg/100 mL, amostras variaram de moderadamente polidispersa para altamente polidispersas, enquanto na concentração de 50 mg/100 mL, as amostras variaram de moderadamente polidispersas para monodispersas. Essa diferença se deve ao predomínio de partículas menores na fração argila, uma vez que um aumento na quantidade de partículas semelhantes em solução tende a reduzir o PDI, indicando maior uniformidade no tamanho das partículas.

Nesta seção, sobre a caracterização física, os resultados mostram que a densidade de partículas, o tamanho de partículas e a classificação textural dos solos ao longo dos perfis refletem tanto diferenças quanto similaridades nos processos de formação do solo, com destaque para a homogeneidade no perfil RQ e maior variação no perfil RY.

5.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A composição química foi determinada utilizando diferentes técnicas de XRF. A técnica de EDXRF foi aplicada na análise de TFSA e em todas as frações do solo, em triplicata. O resultado da fração argila do perfil RQ foi determinado e está relatado por Pires *et al.* (2024). A técnica WDXRF foi utilizada apenas na TFSA dos perfis RQ e RL, com uma única repetição. Os resultados do perfil RY, apresentado por Yanagisawa (2019) incluem análises em triplicata, realizadas com ambas as técnicas, EDXRF e WDXRF, tanto para as amostras de TFSA quanto para as frações. Essas análises identificaram diferenças na detecção de elementos como S e Mg, além das diferenças nos teores de Al e Si relatadas por Tech *et al.* (2022).

Os dados da composição química determinados pela EDXRF foram utilizados para calcular os índices de intemperismo K_i e K_r e, conforme descrito nas Seções 3.1.5 e 4.3 são valores estimados com o objetivo de comparação com os demais resultados da tese.

5.2.1 EDXRF

A seguir, são apresentadas as médias da composição química, determinadas em triplicata para cada perfil e seus respectivos horizontes. Os principais elementos analisados incluem Si, Al, Fe, K, Ti e S. A Tabela 5.4 mostra a composição química da TFSA, obtida por EDXRF, onde os elementos somam, no mínimo 99,7%. As Figuras 5.8 a 5.13 apresentam comparações de cada elemento na topossequência, por meio de boxplots.

O teor de Si (Figura 5.8 e Tabela 5.4) é o mais elevado entre os elementos determinados, variando de 51,6 a 67,4%, com um teor excepcional de 91% no horizonte RY C/R. Os horizontes superficiais dos três perfis são estatisticamente diferentes entre si. Essa análise foi realizada de forma geral, considerando apenas os horizontes A.

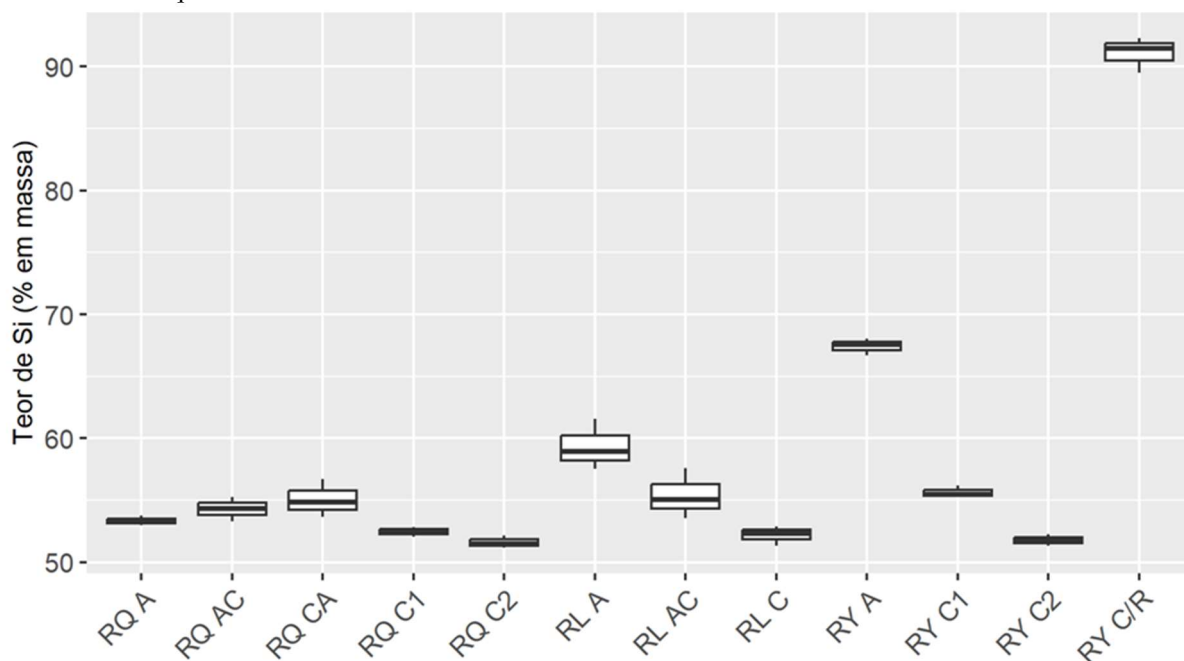
Tabela 5.4 – Composição química da TFSA determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.

Amostra	Composição química (%)					
	Si	Al	Fe	K	Ti	S
Neossolo Quartzarênico – RQ						
A	53,3(4)ABCdefg	36,1(3)Aab	4,9(2)Aa	1,65(3)BCg	3,3(2)Aba	0,57(5)Ad
AC	54(1)ABdefg	36(1)Aab	4,6(1)Aa	1,55(4)Dg	3,05(6)Cabc	0,7(1)Acd
CA	55(2)Adef	36(1)Aab	3,5(6)Bb	1,58(2)CDg	3,1(1)Cabc	0,8(1)Abcd
C1	52,5(4)BCdefg	37,1(4)Aa	4,8(1)Aa	1,663(5)Bg	3,19(8)BCab	0,55(2)Ad
C2	51,6(5)Cg	37,4(5)Aa	5,1(1)Aa	1,74(1)Ag	3,5(1)Aa	0,64(1)Acd
Neossolo Litólico – RL						
A	59(2)Ac	29(3)Ad	3,67(4)Bb	4,7(1)Cc	2,69(9)Acde	0,3(5)Ad
AC	55(2)ABde	31(2)Acd	5,2(2)Aa	5,2(2)Bb	2,5(1)Ade	0,71(5)Acd
C	52,2(8)Befg	34,1(7)Aabc	5,0(2)Aa	5,9(1)Aa	2,24(4)Bef	0,4(4)Ad
Neossolo Flúvico – RY						
A	67,4(7)Bb*	23,6(4)Ce*	2,5(1)Bc*	2,4(1)Cf*	1,9(4)Bf*	1,6(2)Aabc*
C1	55,6(5)Cd*	32,9(2)Bbc*	2,71(3)Ac*	4,19(2)Ad*	2,8(1)Abcd*	1,7(4)Aab*
C2	51,8(5)Dfg*	37,3(2)Aa*	2,8(4)Ac*	3,27(1)Be*	3,2(1)Aab*	1,6(6)Aabc*
C/R	91(1)Aa*	5(1)Df*	0,1(1)Cd*	0,2(1)Dh*	0,3(3)Cg*	2,5(6)Aa*

Fonte: O autor

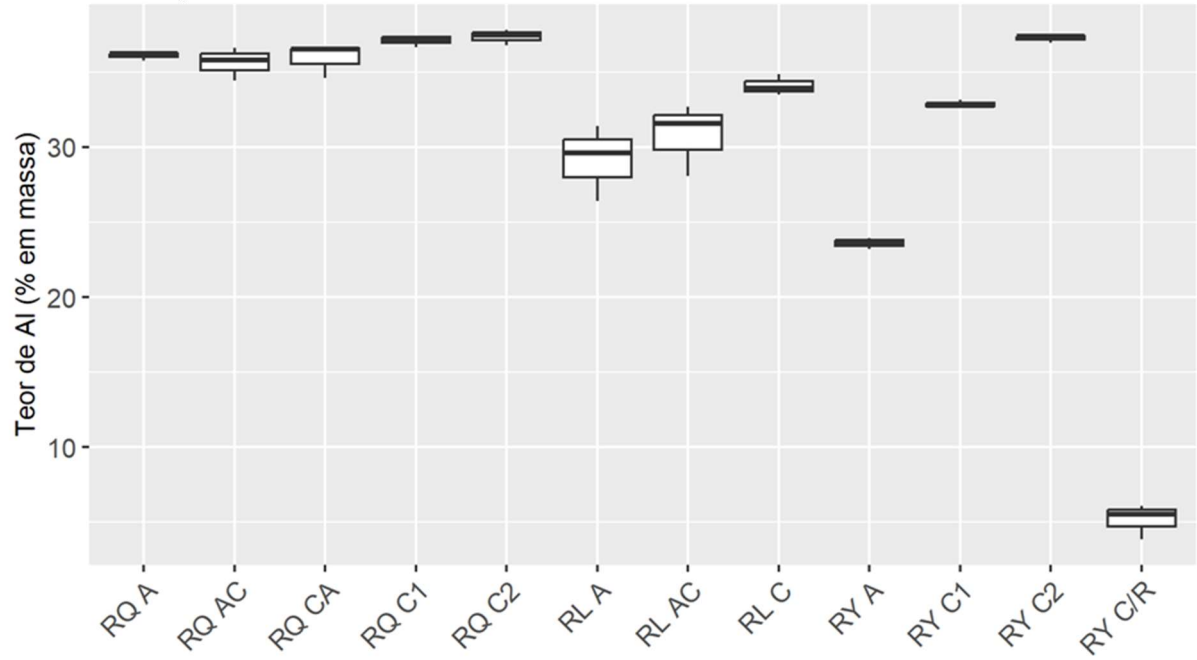
Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. Os outros elementos abaixo de 0,3% não foram apresentados na tabela, suas somas estão abaixo de 0,5%. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

Figura 5.8 – Comparação da composição química do elemento Si da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



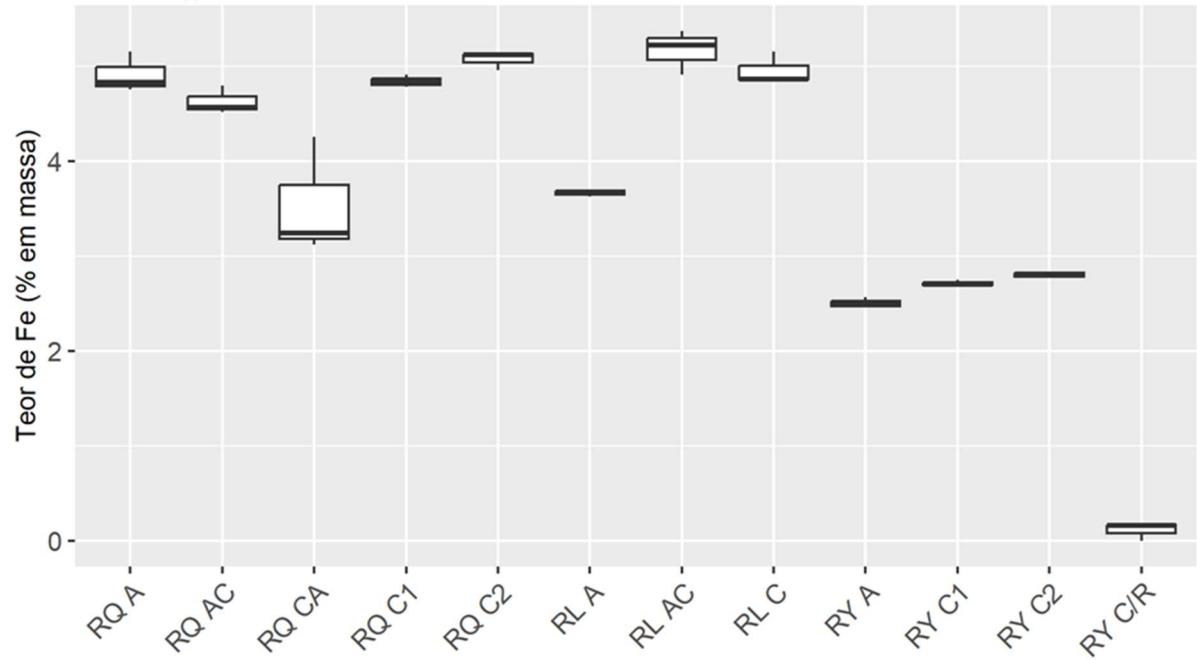
Fonte: O autor

Figura 5.9 – Comparação da composição química do elemento Al da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



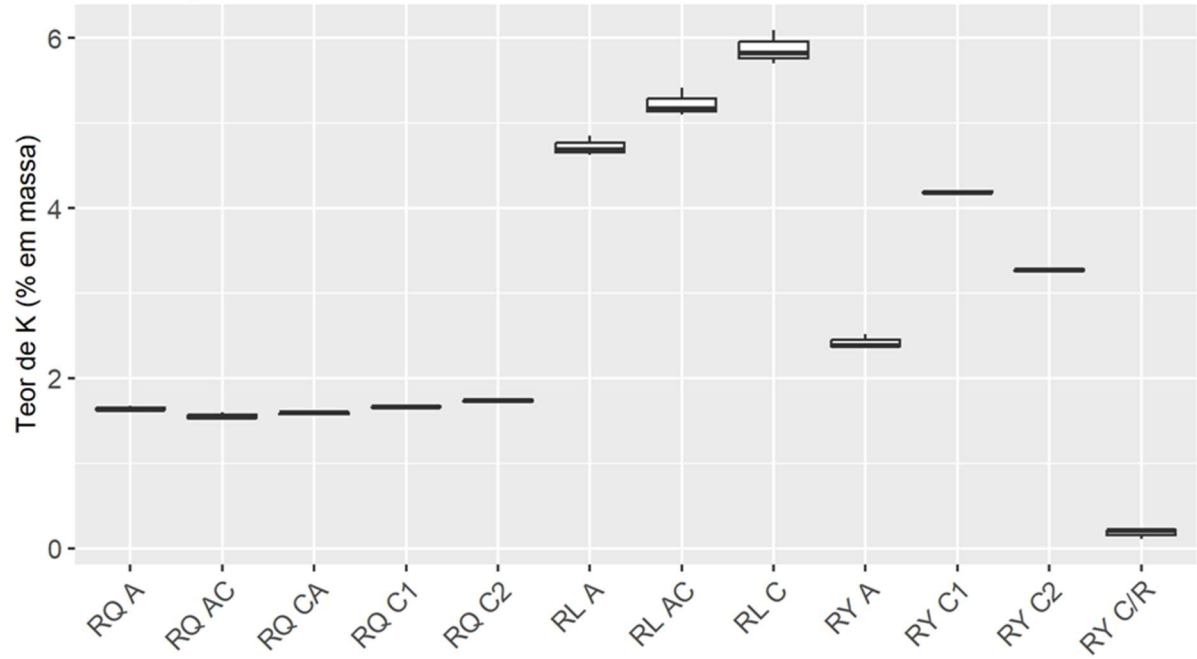
Fonte: O autor

Figura 5.10 – Comparação da composição química do elemento Fe da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



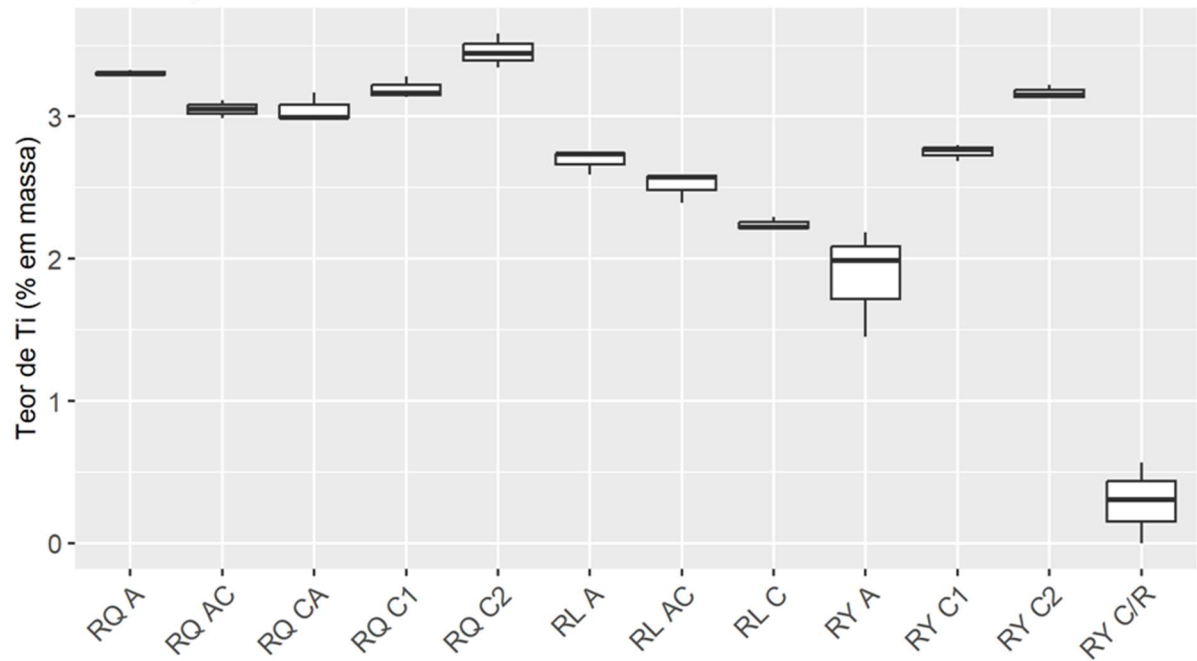
Fonte: O autor

Figura 5.11 – Comparação da composição química do elemento K da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



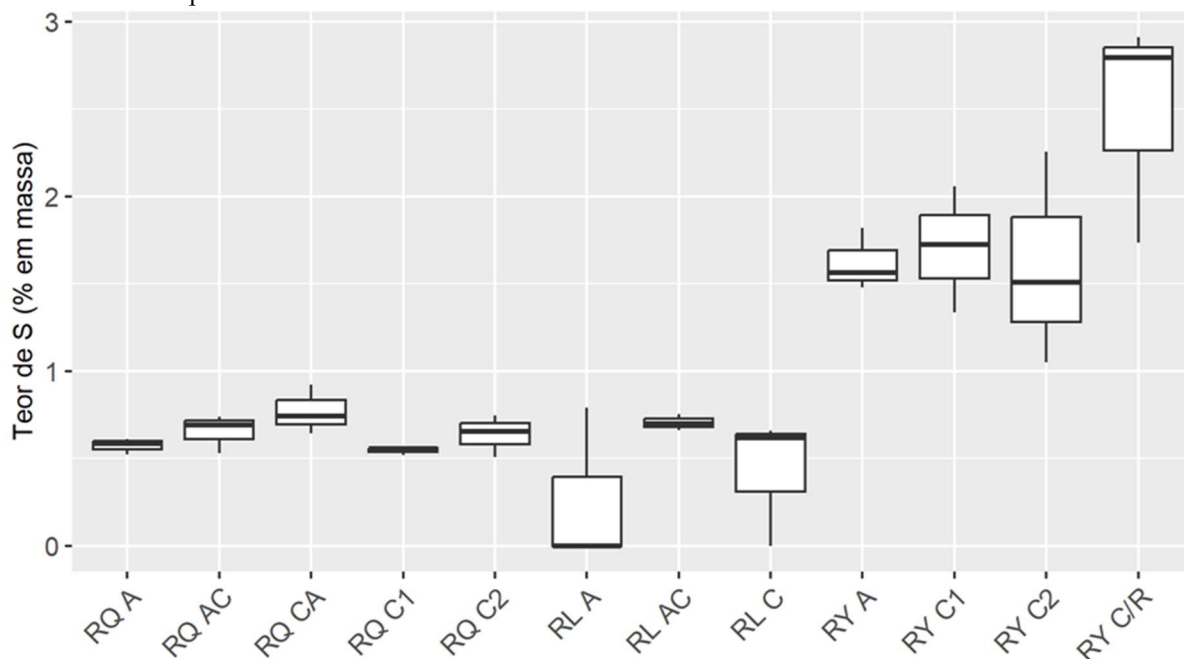
Fonte: O autor

Figura 5.12 – Comparação da composição química do elemento Ti da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Figura 5.13 – Comparação da composição química do elemento S da TFSA, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Na comparação dos horizontes de maior profundidade, analisados também de forma geral, apenas os horizontes RQ C2 e RL C são estatisticamente semelhantes, enquanto o horizonte RY C/R se diferencia dos demais.

O Al é o segundo elemento mais abundante, com teores variando de 23,6% a 37,4%, exceto no horizonte RY C/R, que apresenta apenas 5%. Assim como o Si, os horizontes superficiais são estatisticamente diferentes entre si, e os horizontes de maior profundidade também mostram diferenças estatísticas significativas.

Os próximos elementos predominantes são o Fe, K e Ti. O teor de Fe varia entre 3,5 e 5,2% entre os perfis RQ e RL, enquanto o perfil RY, apresenta teores menores entre 2,5 a 2,8%, exceto no horizonte RY C/R, que possui apenas 0,1%. O teor de K possui concentração mais baixa no perfil RQ, entre 1,55 e 1,74%, no perfil RL, os valores tendem a ser mais altos, entre 4,7 e 5,9%, enquanto o perfil RY possui valores intermediários, de 2,4 a 4,19%, exceto no horizonte RY C/R, que possui apenas 0,2%. O teor de Ti apresenta valores mais elevados no perfil RQ, variando entre 3,05 e 3,5%, no perfil RL, os valores variam de 2,24 a 2,69%, enquanto no perfil RY, de 1,9 a 3,2%, com exceção no RY C/R, que apresenta um teor reduzido de 0,3%. O sexto elemento mais abundante detectado por EDXRF foi o S, embora não identificados pela WDXRF. Nos perfis RQ e RL, o teor de S variou entre 0,4 e 0,8%, enquanto no perfil RY, os valores foram mais altos, entre 1,6% e 1,7%, com o horizonte RY C/R apresentando o maior teor de 2,5%.

A composição química é um importante indicador dos minerais presentes, conforme indicado no Quadro 3.2. O Si indica a possível presença de quartzo, caulinita, ilita e muscovita, o Al indica a possível presença de caulinita, gibbsita, ilita e muscovita, o Fe está associado a minerais como magnetita, hematita e goethita, o Ti indica a possível presença de rutilo e anatásio, enquanto o S, pode indicar a presença de mineral como pirita, de acordo com Wei (1935), Bish e Von Dreele (1989), Balan *et al.* (2006), Drits (2010), Richardson e Richardson (1982), Wyckoff (1965), Wechsler, Lindsley e Prewitt (1984) e Graf (1961) e buscas realizadas em Gadsden (1975), *Mineralogy Database* (<https://webmineral.com/>) e *American Mineralogist Crystal Structure Database* (<https://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>).

A Tabela 5.5 apresenta a composição química da fração areia determinada por EDXRF, enquanto as Figuras 5.14 a 5.19 mostram a comparação dos valores utilizando boxplots. O elemento predominante na fração areia é o Si, com teores variando entre 82,4 e 97% em toda a topossequência. O segundo elemento mais abundante é o Al, que varia de 1 a 10,4%. No horizonte RQ A, não houve detecção de Al na triplicata. O teor de Fe foi mais elevado no perfil RL, enquanto no horizonte RY C/R, o Fe não foi detectado. O teor de K foi baixo em todo perfil RQ e nos horizontes RY C2 e RY C/R, nos demais horizontes, o teor de K variou entre 1,4 e 3,61%. O teor de Ti apresentou mesma tendência entre os perfis RQ, RL e RY, com valores entre 0,2 a 0,77%. O teor de S variou de 1,1 a 1,4% no perfil RQ, de 0,84 a 1,32% no perfil RL e 1,5 a 2,5% no perfil RY.

Nos horizontes superficiais RQ A, RL A e RY A, apenas o teor de S foi estatisticamente semelhante entre os três perfis. Os horizontes superficiais dos perfis RQ e RL, horizontes RQ A e RL A, foram estatisticamente semelhantes em três elementos, nos teores de Si, Al e Fe.

Nos horizontes de maior profundidade, dos perfis RQ e RY, horizontes RQ C2 e RY C/R, observou-se semelhanças estatísticas nos teores de Si, Al e K.

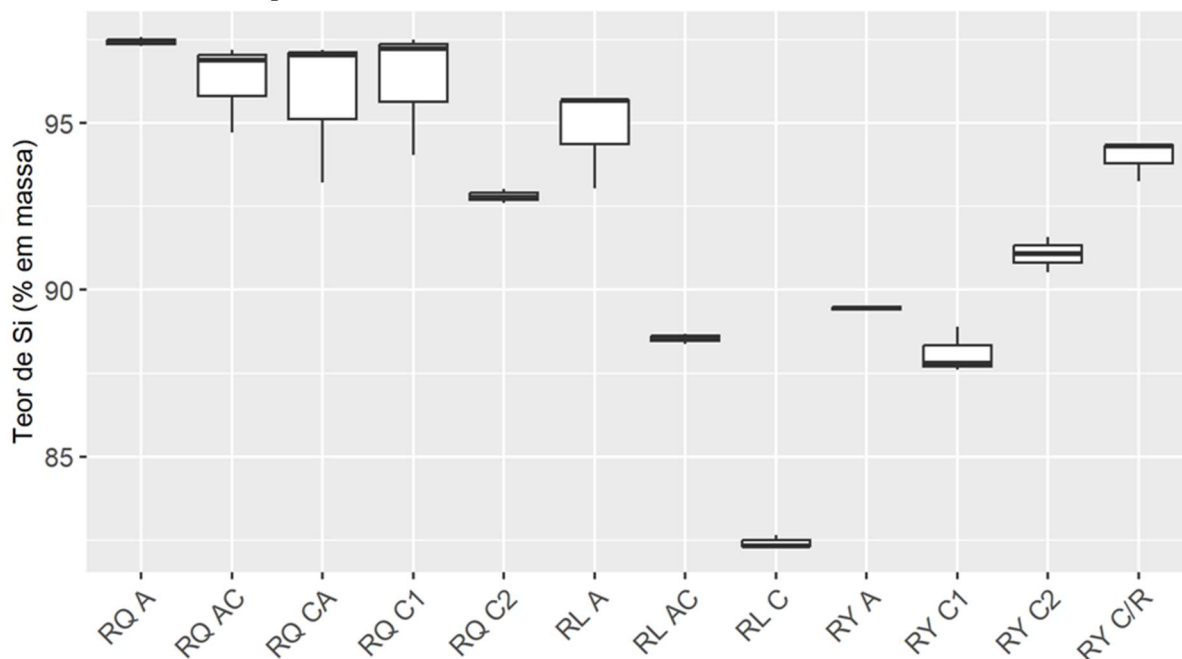
Tabela 5.5 – Composição química da areia determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.

Composição química (%)						
Amostra	Si	Al	Fe	K	Ti	S
Neossolo Quartzarênico – RQ						
A	97,4(1)Aa	0(0)Ae	0,52(5)Ad	0,04(7)Bfg	0,33(2)Bcd	1,4(1)Acd
AC	96(1)ABab	1(2)Ade	0,60(4)Ad	0,07(2)Bfg	0,37(3)Bc	1,4(3)Acd
CA	96(2)ABabc	1(2)Acde	0,55(4)Ad	0,02(3)Bg	0,366(6)Bcd	1,4(2)Abcd
C1	96(2)ABab	1(2)Acde	0,55(5)Ad	0,01(2)Bg	0,25(3)Bcd	1,2(3)Acd
C2	92,8(2)Bcd	4,4(1)Abcd	0,55(1)Ad	0,3(1)Bf	0,55(2)Ab	1,1(3)Acd
Neossolo Litólico – RL						
A	95(2)Aabc	1(2)Ade	0,54(2)Cd	1,4(1)Cd	0,57(4)Bb	1,32(9)Acd
AC	88,5(2)Be	6,4(3)Bb	1,07(2)Bb	1,86(4)Bc	0,79(3)Aa	0,9(3)Bd
C	82,4(2)Cf	10,4(2)Ca	1,48(1)Aa	3,61(6)Aa	0,82(5)Aa	0,84(5)Bd
Neossolo Flúvico – RY						
A	89,45(8)Ce*	4,7(2)Bbc*	0,76(3)Ac*	1,7(1)Bc*	0,77(3)Aa*	2,1(1)Aabc*
C1	88,1(7)Ce*	5,7(1)Ab*	0,39(1)Be*	3,1(1)Ab*	0,7(2)Aab*	1,5(8)Aabcd*
C2	91,1(5)Bde*	5,0(2)Bb*	0,32(1)Ce*	0,53(3)Ce*	0,27(3)Bcd*	2,4(5)Aab*
C/R	94,0(6)Abcd*	2,9(2)Cbcd*	0(0)Df*	0,06(5)Dfg*	0,20(9)Bd*	2,5(3)Aa*

Fonte: O autor

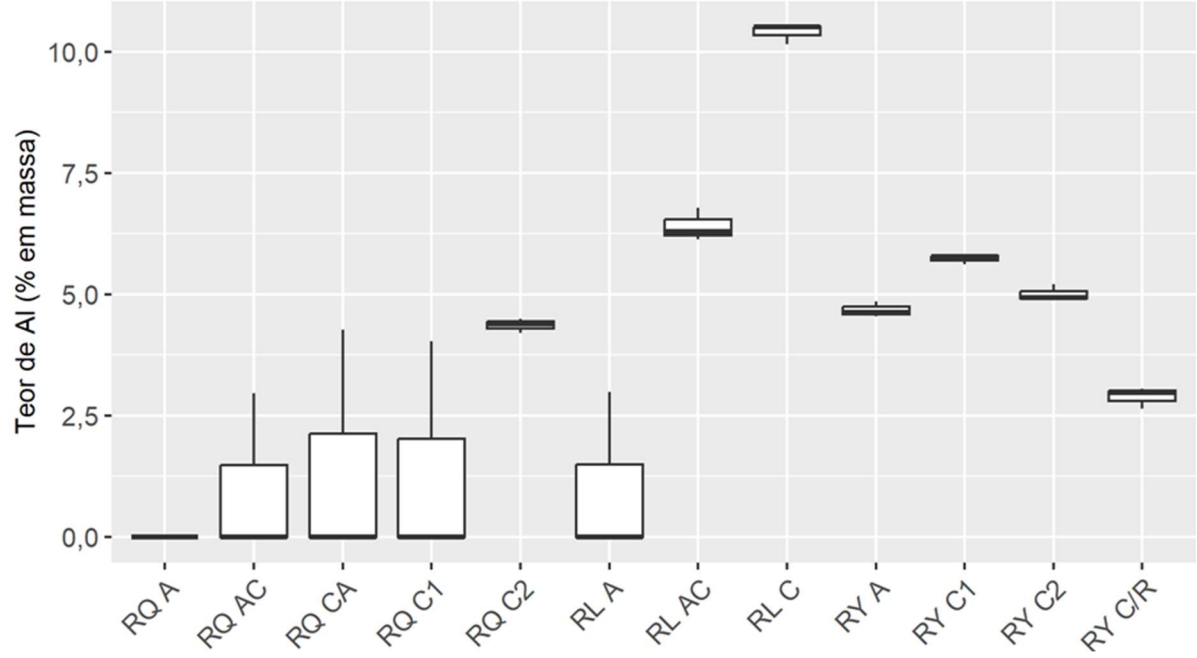
Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. Os outros elementos abaixo de 0,3% não foram apresentados na tabela, suas somas estão abaixo de 0,5%. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

Figura 5.14 – Comparação da composição química do elemento Si da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



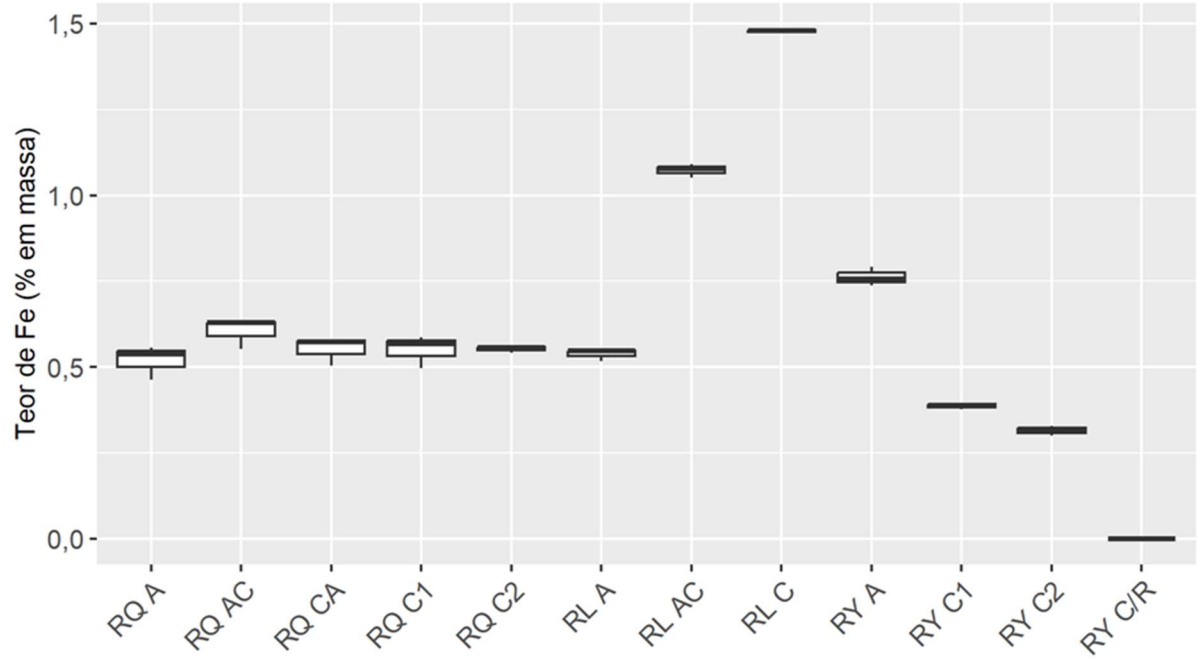
Fonte: O autor

Figura 5.15 – Comparação da composição química do elemento Al da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



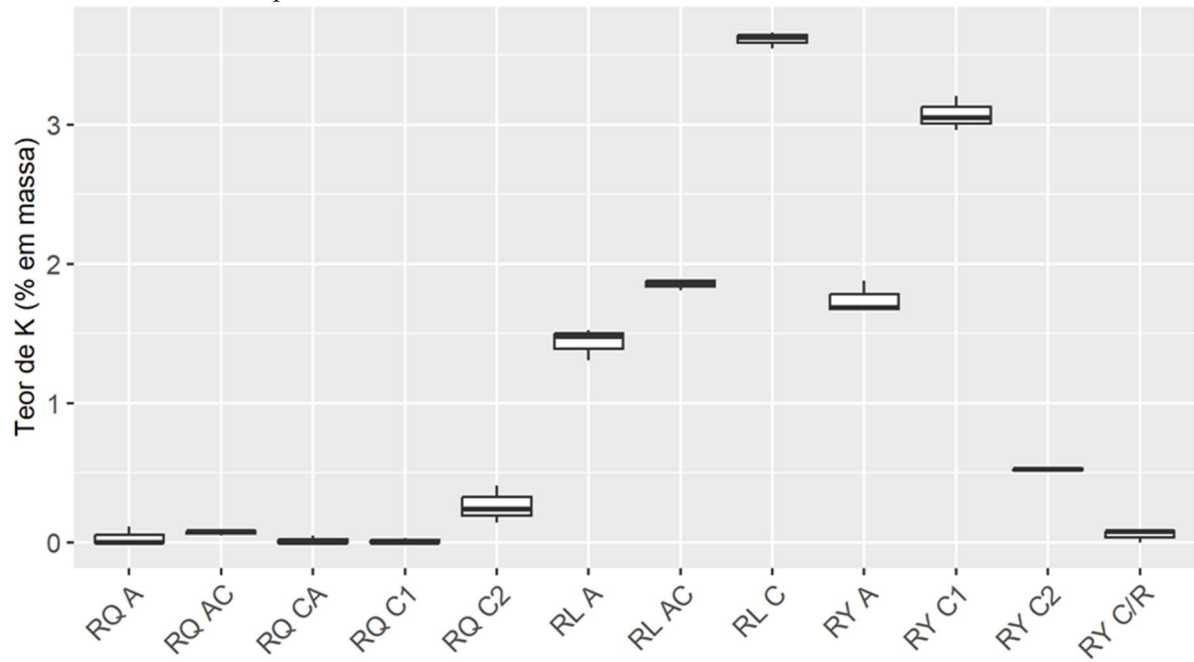
Fonte: O autor

Figura 5.16 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



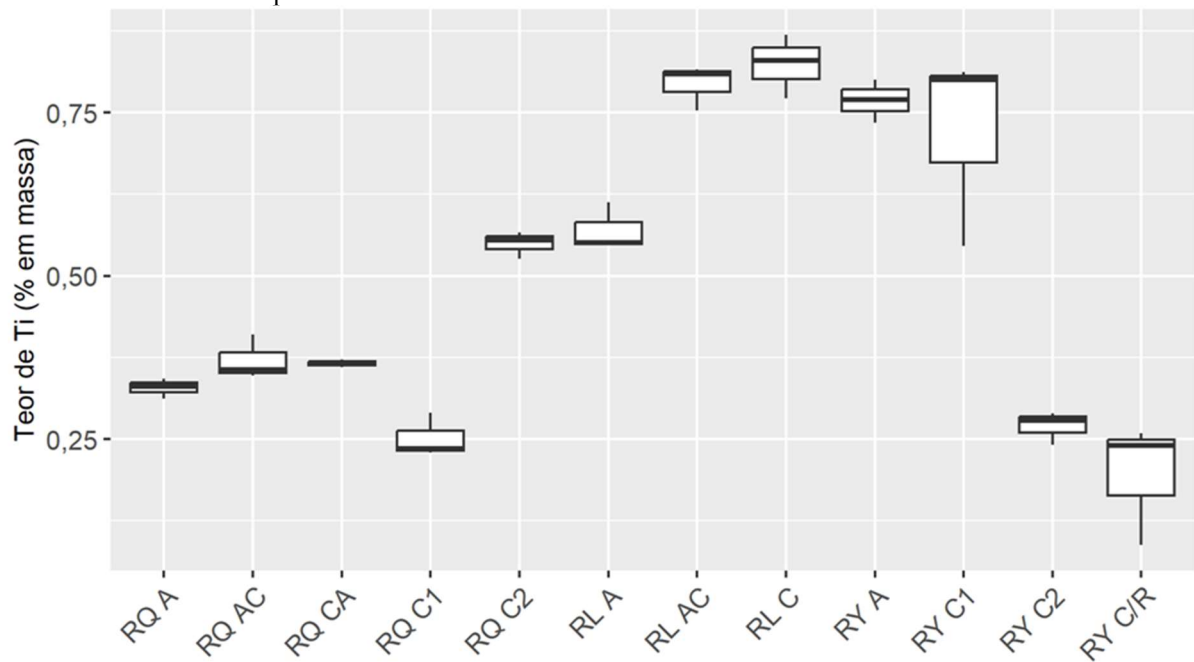
Fonte: O autor

Figura 5.17 – Comparação da composição química do elemento K da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



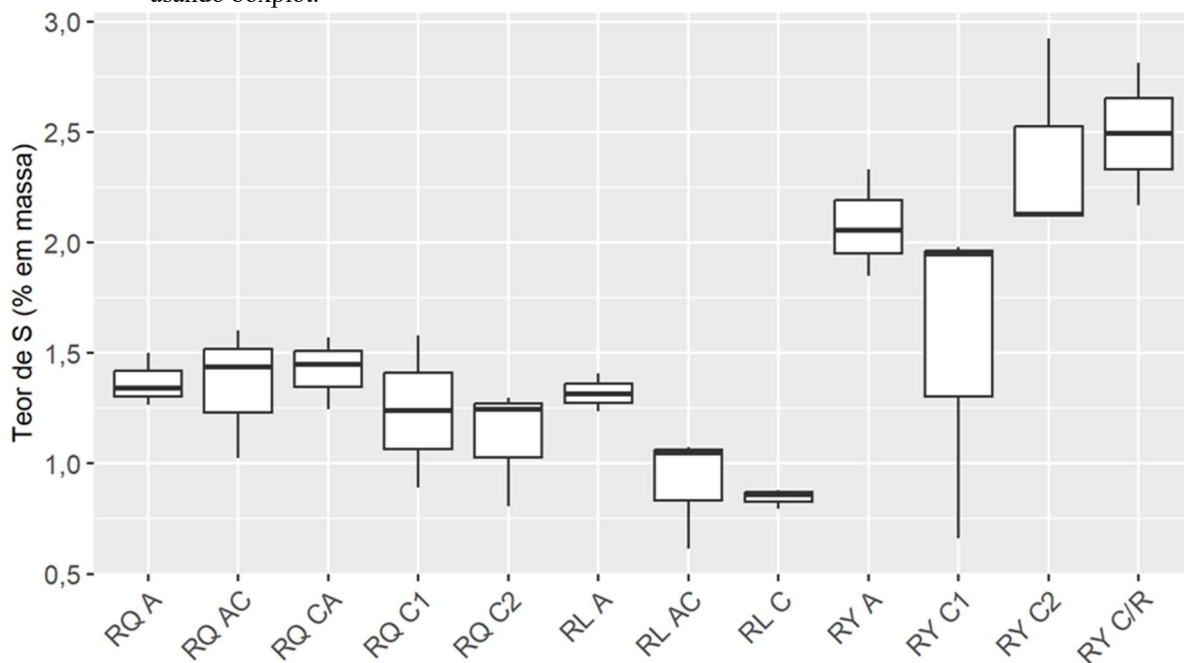
Fonte: O autor

Figura 5.18 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Figura 5.19 – Comparação da composição química do elemento S da fração areia, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

A Tabela 5.6 apresenta a composição química da fração silte, determinada por EDXRF, enquanto as Figuras 5.20 a 5.25 apresentam a comparação dos valores utilizando boxplots. O elemento predominante é o Si, com teores variando de 56,1 a 90%. O segundo elemento mais abundante é o Al, variando de 5 a 30,3%.

O teor de Fe varia de 0,338 a 1,25% nos perfis RQ e RY e de 1,35 a 3,63% no perfil RL. O teor de K possui tendência baixa no perfil RQ, de 0,29 a 0,51%, e valores mais elevados entre 1,08 e 5,72% nos perfis RL e RY, com exceção do RY C/R, onde não foi detectado.

O teor de Ti tem um aumento expressivo em relação à fração areia, variando de 0,87% a 8%, principalmente no perfil RQ. Por fim, o teor de S variou de 0,6 a 2,0% nos três perfis.

Nos horizontes superficiais, os perfis RQ e RL são estatisticamente semelhantes para todos os elementos analisados. Já os horizontes superficiais dos perfis RL e RY, os horizontes RL A e RY A, são estatisticamente semelhantes apenas no teor de K.

Nos horizontes de maior profundidade, os perfis RQ e RY, horizontes RQ C2 e RY C/R, são estatisticamente semelhantes nos teores de Fe e K, enquanto os perfis RL e RY, horizontes RL C e RY C/R, apresentaram semelhanças estatísticas somente no teor de Ti.

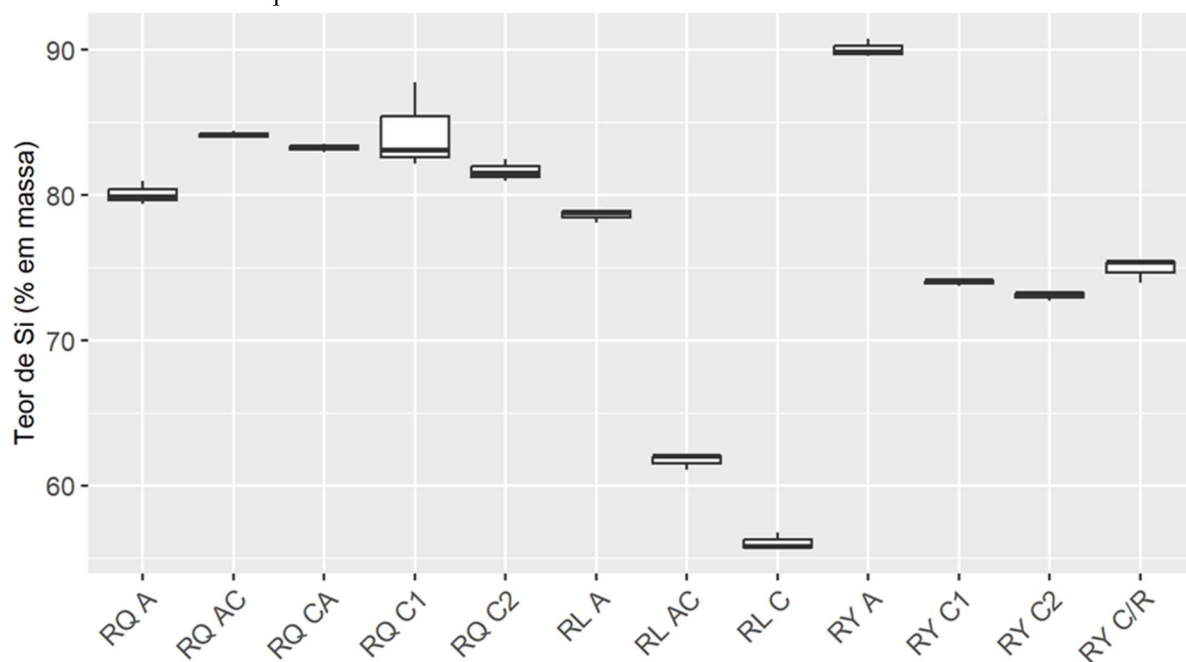
Tabela 5.6 – Composição química da fração silte determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.

Amostra	Composição química (%)					
	Si	Al	Fe	K	Ti	S
Neossolo Quartzarênico – RQ						
A	80,1(8)Bcd	9,1(3)Aef	1,25(3)Ab	0,51(2)Aef	7,7(4)Aab	1,00(6)Acde
AC	84,1(2)Ab	6,7(4)Aefg	0,93(2)Bbc	0,3(4)Af	6,6(2)Abc	1,01(9)Abcde
CA	83,3(3)ABb	7,4(7)Aefg	0,84(4)Bbc	0,29(7)Af	7,3(3)Aab	0,6(5)Ae
C1	84(3)Ab	5(4)Afg	0,8(1)Bbc	0,53(5)Aef	8(1)Aa	0,93(7)Acde
C2	81,7(8)ABbc	8(1)Aefg	0,81(3)Bbc	0,4(3)Af	8,0(2)Aa	0,98(8)Acde
Neossolo Litólico – RL						
A	78,6(5)Ad	10,6(7)Cde	1,35(4)Bb	1,08(8)Bde	6,9(2)Aabc	1,02(2)Abcde
AC	61,7(5)Bf	25(2)Bb	3,2(9)Aa	5,2(4)Aa	4,1(5)Bd	0,7(1)B
C	56,1(6)Cg	30,3(6)Aa	3,63(8)Aa	5,72(3)Aa	3,38(6)Bde	0,71(1)Bde
Neossolo Flúvico – RY						
A	90,0(6)Aa*	4,25(6)Cg*	0,415(2)Cc*	1,49(7)Cd*	0,87(6)Df*	2,6(4)Aa*
C1	74,0(2)BCe*	13,7(3)Bd*	0,92(3)Bbc*	3,67(8)Ab*	6,02(7)Bc*	1,6(3)Abcd*
C2	73,1(3)Ce*	14,0(1)Bd*	1,02(3)Abc*	3,05(5)Bc*	6,9(2)Aabc*	1,7(7)Aabc*
C/R	74,9(8)Be*	20,3(4)Ac*	0,338(5)Dc*	0(0)Df*	2,4(1)Cc*	2,0(5)Aab*

Fonte: O autor

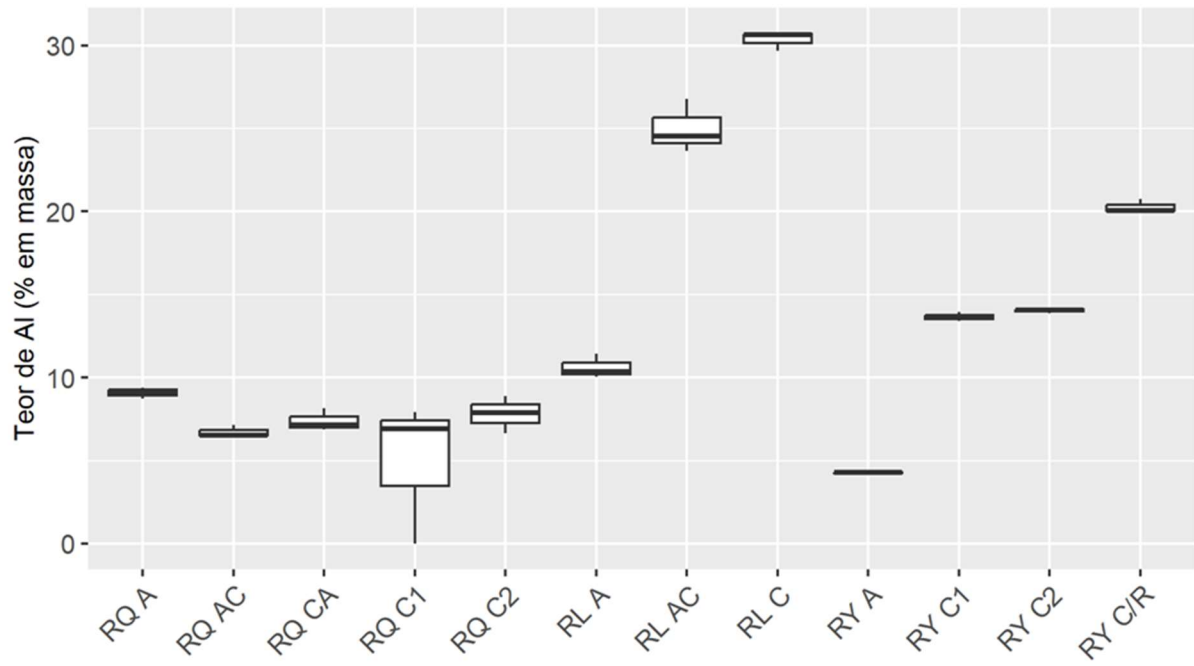
Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. Os outros elementos abaixo de 0,3% não foram apresentados na tabela, suas somas estão abaixo de 0,5%. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

Figura 5.20 – Comparação da composição química do elemento Si da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



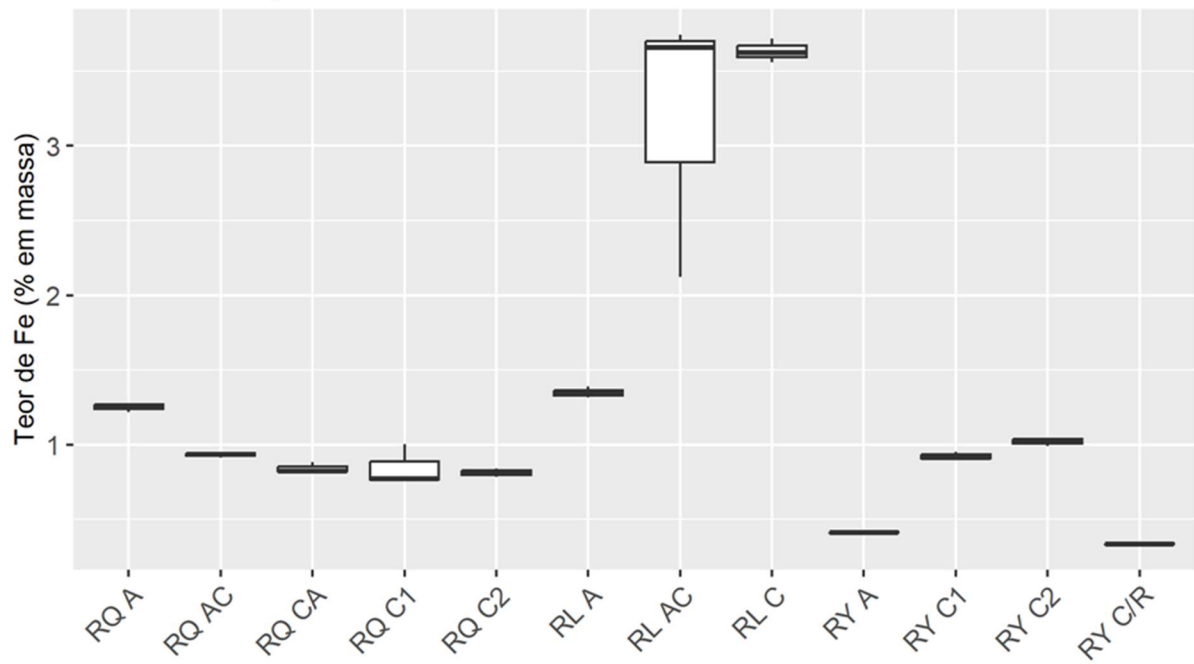
Fonte: O autor

Figura 5.21 – Comparação da composição química do elemento Al da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



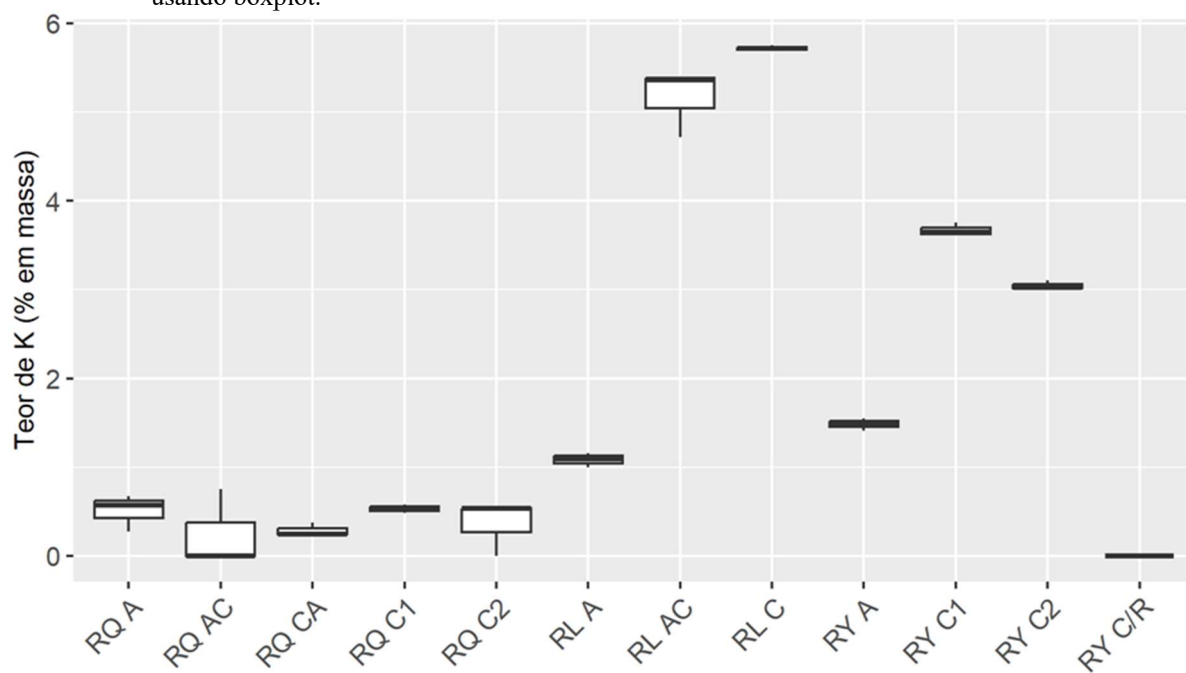
Fonte: O autor

Figura 5.22 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



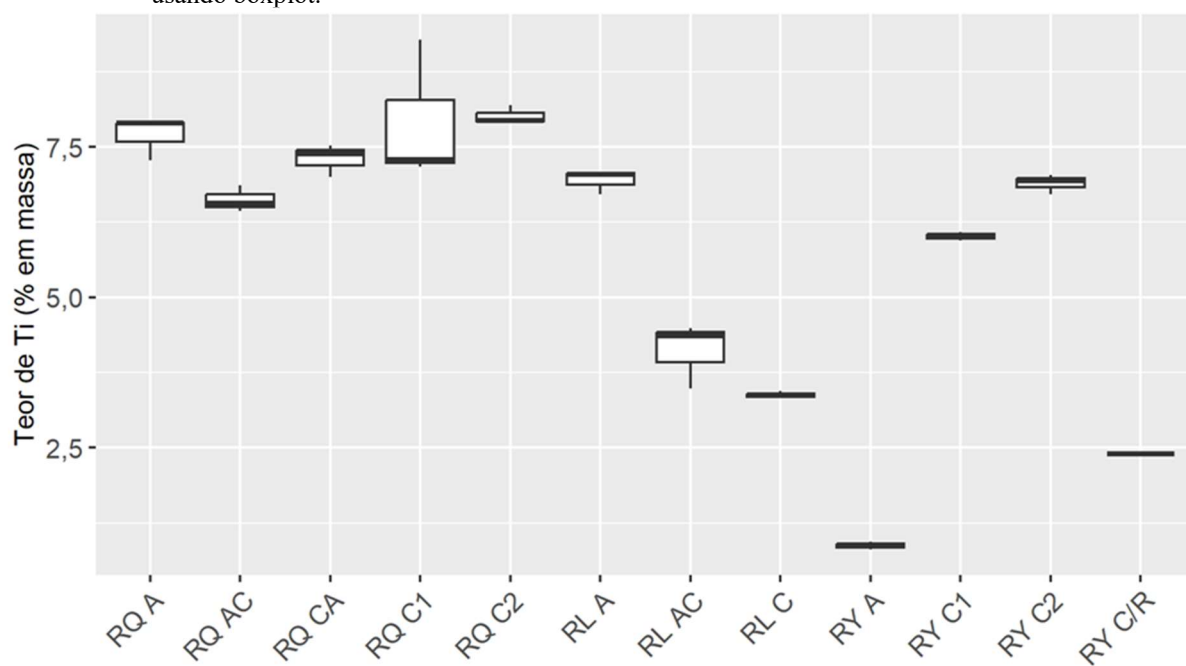
Fonte: O autor

Figura 5.23 – Comparação da composição química do elemento K da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



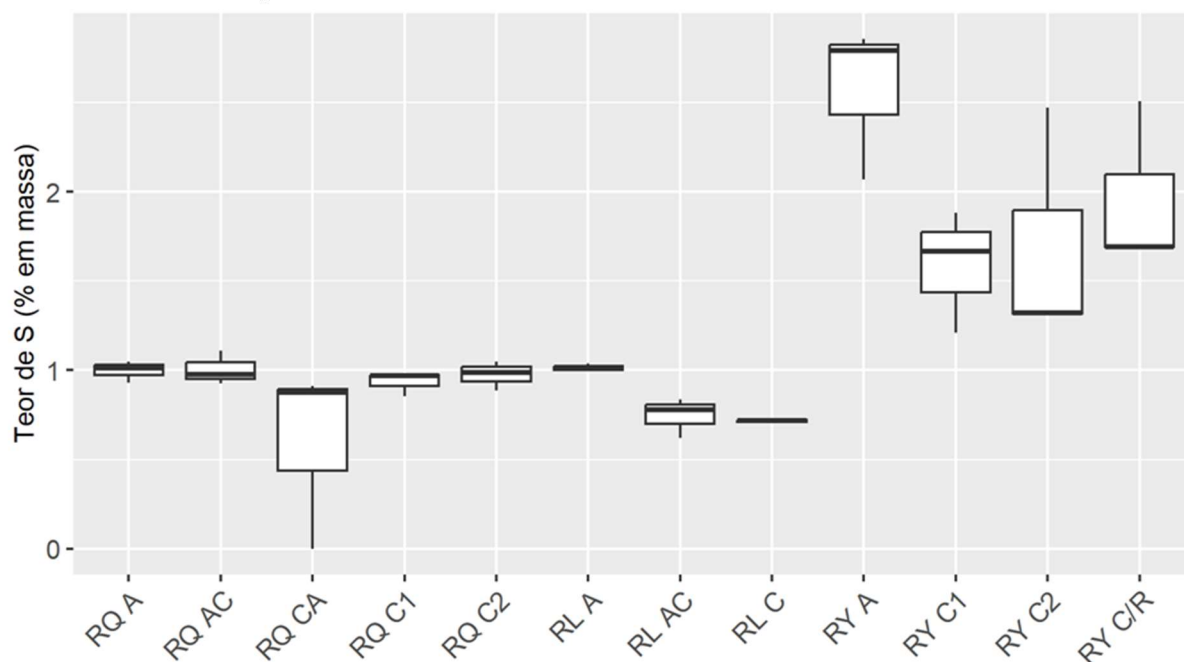
Fonte: O autor

Figura 5.24 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Figura 5.25 – Comparação da composição química do elemento S da fração silte, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

A Tabela 5.7 apresenta a composição química da fração argila, determinada por EDXRF, e as Figuras 5.26 a 5.32 apresentam a comparação dos valores usando boxplots.

Na fração argila, o elemento com maior concentração é o Al, variando de 30,7 a 38,3%, exceto no horizonte RY C/R, que apresenta apenas 9,4%. O segundo elemento mais abundante é o Si, com teores variando de 41,1 a 50%, exceto novamente no horizonte RY C/R, onde o teor de Si é 14,1%. Os teores de Fe variaram de 3,97 a 9%, com exceção do horizonte RY C/R, que apresentou apenas 0,87%. O teor de K variou de 2,2 a 6,6%, exceto no horizonte RY C/R, onde foi de 0,756%. O teor de Ti variou de 0,73 a 1,6%, enquanto o teor de S ficou entre 0,45 e 1,7%. O teor de Ca variou de 3,9 a 13,6%, com exceção do horizonte RY C/R, que apresentou valores discrepantes para a maioria dos elementos analisados, de 73,1%. O provável fator responsável por esse resultado é o excesso de floculante (CaCl_2) utilizado para a remoção da água, uma vez que o teor de argila era de apenas 0,56%, procedimento realizado no Yanagisawa (2018).

Nos horizontes superficiais, os perfis RQ e RL, horizontes RQ e RL A, são estatisticamente semelhantes nos teores de Fe e S. Entre os perfis RQ e RY, horizontes RQ A e RY A, os teores de Ti são estatisticamente semelhantes.

Nos horizontes de maior profundidade, os três perfis mostraram-se estatisticamente semelhantes no teor de S. Os horizontes RQ A e RL A são estatisticamente semelhantes no teor de Ca, enquanto os horizontes RL A e RY A são semelhantes no teor de Ti.

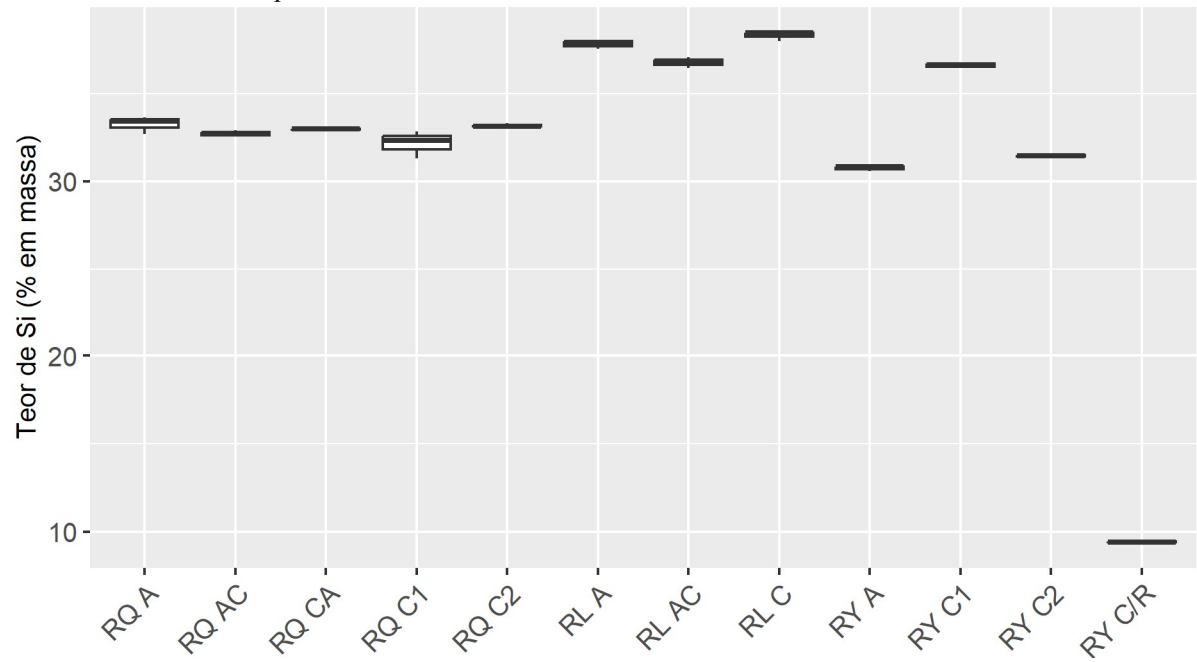
Tabela 5.7 – Composição química da fração argila determinada por EDXRF, em porcentagem de massa.

Amostra	Composição química (%)						
	Si	Al	Fe	K	Ti	S	Ca
Neossolo Quartzarênico – RQ							
A	33,3(5)Ac**	48,9(5)ABab**	9,0(5)Aa**	2,3(1)BCh**	1,5(1)Aab**	0,71(5)Acd**	4,0(1)Dg**
AC	32,7(2)Acd**	48,3(8)Bb**	8,3(3)Aab**	2,25(2)BCh**	1,5(1)Aab**	0,46(3)Ad**	6,1(1)Ad**
CA	32,98(3)Acd**	49,5(8)ABab**	8,8(3)Aa**	2,4(1)ABgh**	1,6(1)Aab**	0,57(5)Ad**	3,9(1)Dg**
C1	32,2(8)Ade**	50(1)Aa**	8,17(3)Aab**	2,2(1)Ch**	1,4(1)Aabc**	0,52(6)Ad**	4,7(1)Bef**
C2	33,2(7)Ac**	48,8(7)ABab**	8,8(4)Aa**	2,48(4)Ag**	1,7(1)Aa**	0,50(6)Ad**	4,1(1)Cfg**
Neossolo Litólico – RL							
A	37,8(3)Aa	41,3(6)Ad	8,4(3)ABab	5,4(1)Bb	0,8(1)Ae	0,62(4)Ad	5,3(2)Be
AC	36,8(3)Bb	41,6(6)Acd	8,7(4)Aa	5,19(1)Bc	0,73(1)Ae	0,5(1)Ad	6,02(2)Ad
C	38,3(3)Aa	41,1(5)Ad	7,6(4)Bb	6,6(1)Aa	0,90(2)Ade	0,53(6)Ad	4,7(1)Cef
Neossolo Flúvico – RY							
A	30,7(1)Cf*	43,2(7)Ac*	6,47(7)Ac*	2,8(1)Cf*	1,3(2)ABbc*	1,4(2)ABab*	13,6(6)Bb*
C1	36,6(2)Ab*	42,3(3)ABcd*	4,46(3)Bd*	4,24(4)Ad*	1,12(3)Bcd*	1,7(2)Aa*	8,87(6)Cc*
C2	31,46(9)Bef*	41,5(3)Bcd*	3,97(2)Cd*	3,20(2)Be*	1,5(1)Aab*	1,1(2)Bbc*	9,5(1)Cc*
C/R	9,4(1)Dg*	14,1(4)Ce*	0,87(1)De*	0,756(3)Di*	0,8(7)Ce*	0,57(9)Cd*	73,1(4)Aa*

Fonte: O autor

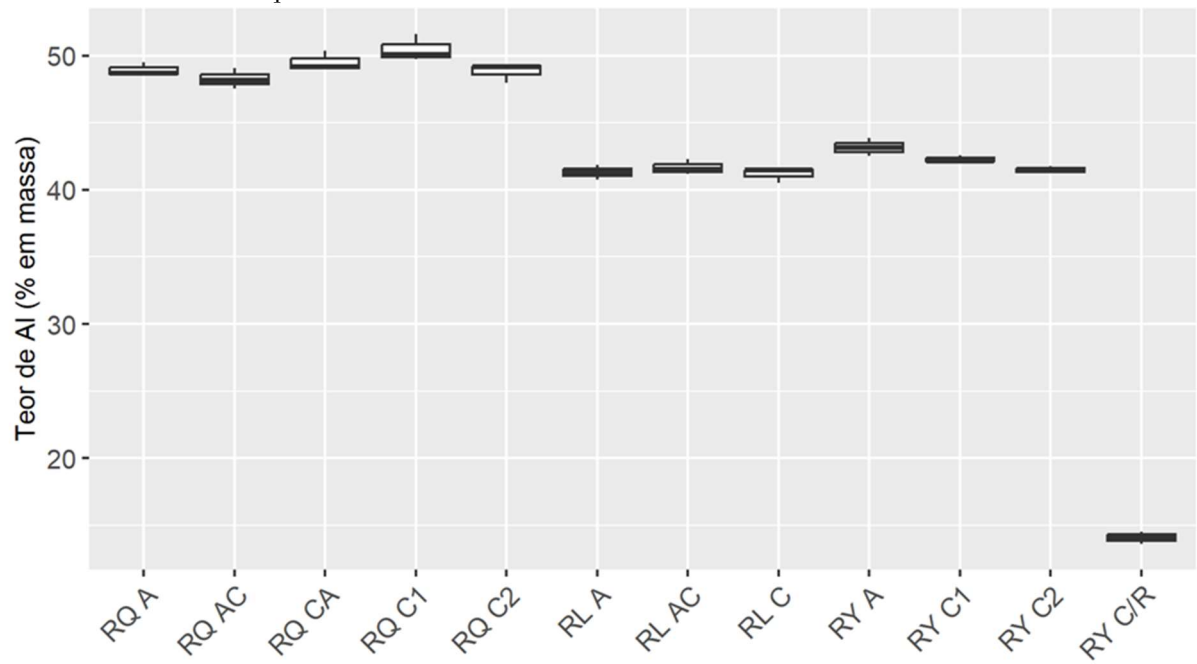
Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. Os outros elementos abaixo de 0,3% não foram apresentados na tabela, suas somas estão abaixo de 0,5%. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019). **Resultados do perfil RQ apresentado por Pires *et al.* (2024).

Figura 5.26 – Comparação da composição química do elemento Si da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



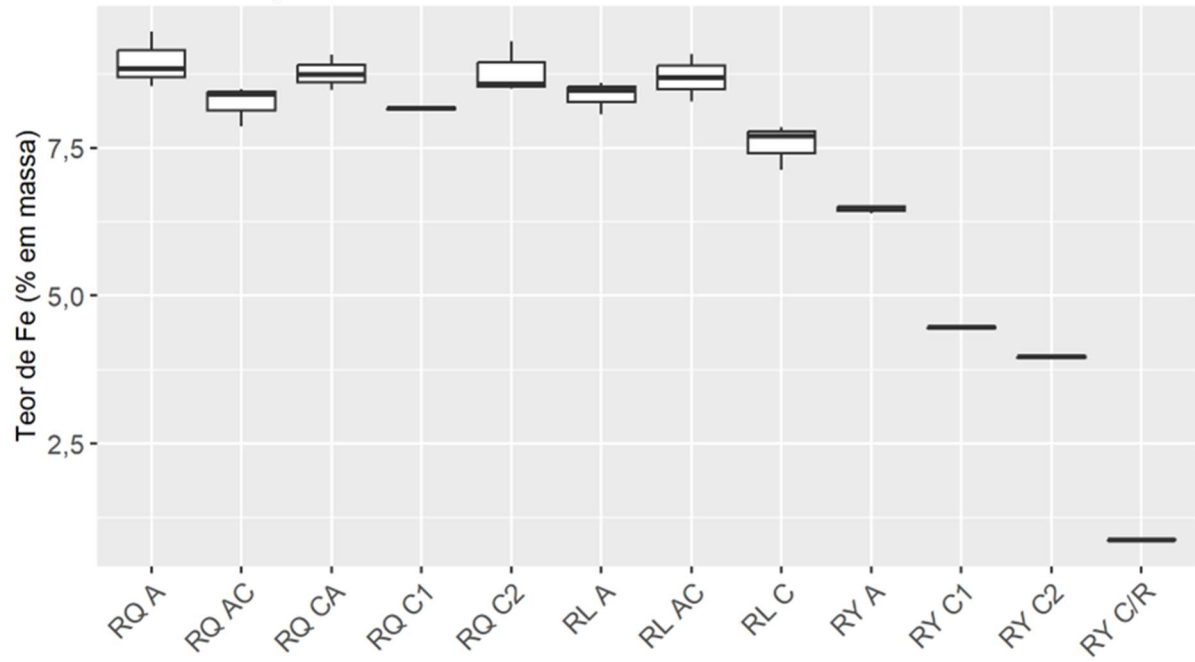
Fonte: O autor

Figura 5.27 – Comparação da composição química do elemento Al da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



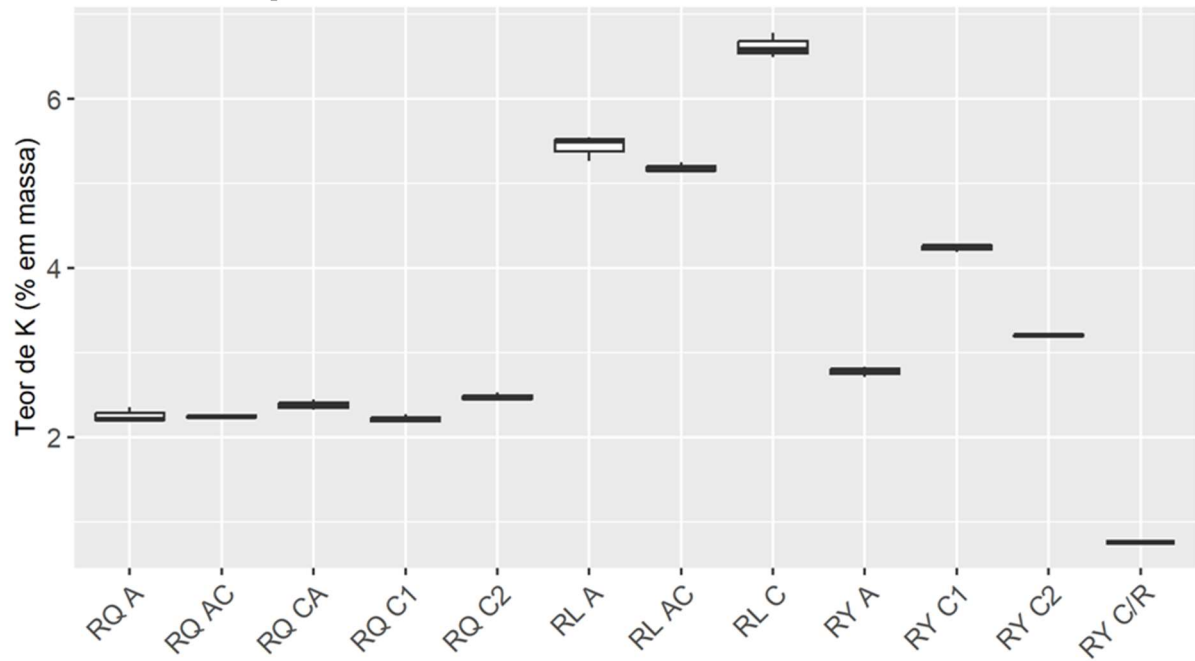
Fonte: O autor

Figura 5.28 – Comparação da composição química do elemento Fe da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



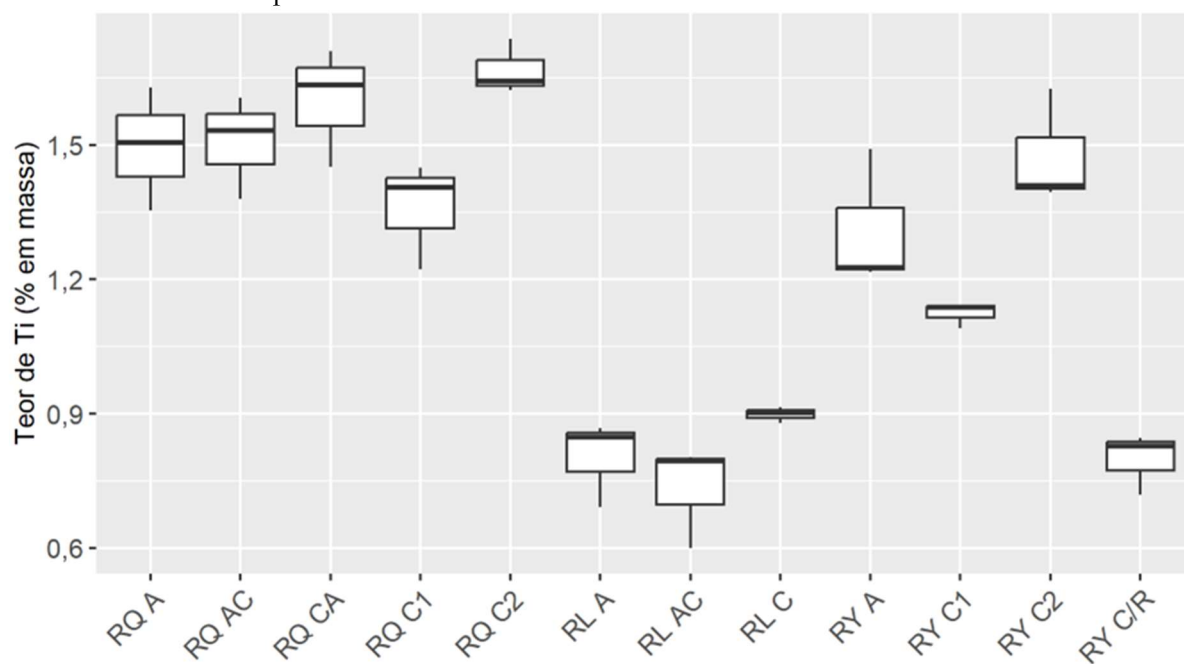
Fonte: O autor

Figura 5.29 – Comparação da composição química do elemento K da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



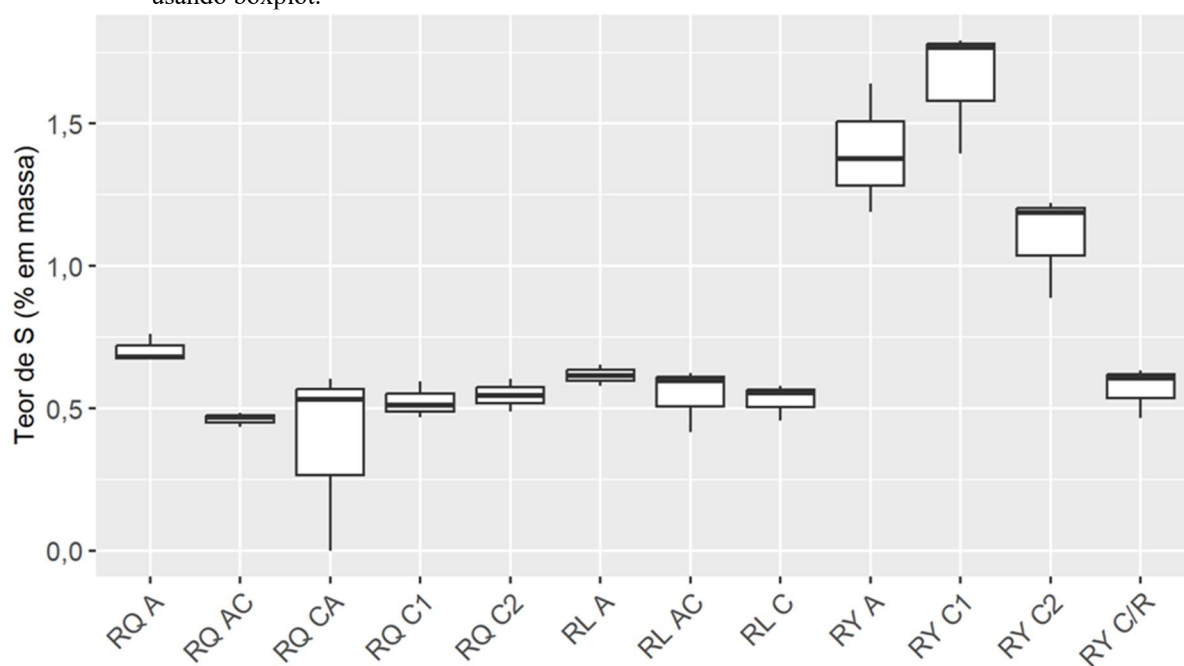
Fonte: O autor

Figura 5.30 – Comparação da composição química do elemento Ti da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



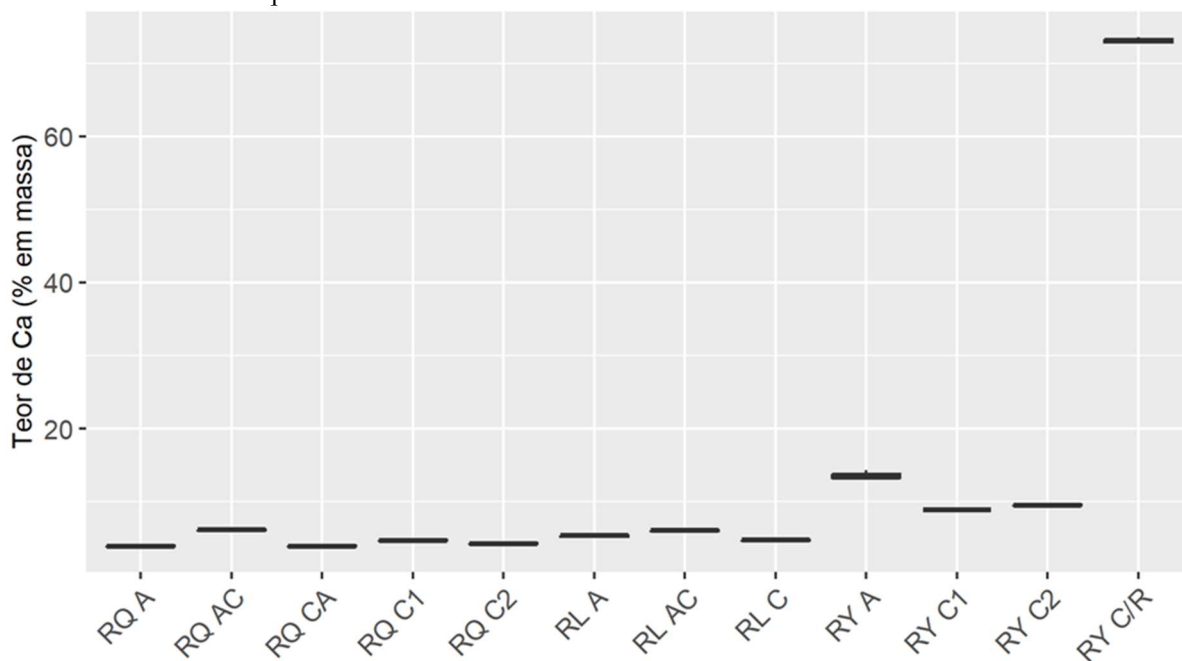
Fonte: O autor

Figura 5.31 – Comparação da composição química do elemento S da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Figura 5.32 – Comparação da composição química do elemento Ca da fração argila, em porcentagem de massa, usando boxplot.



Fonte: O autor

Comparando as frações, verifica-se que nas frações areia e silte predominam Si e Al, sendo o teor de Si mais elevado na fração areia. Na fração silte, o teor de Ti é relativamente maior em comparação com as frações areia e argila. Na fração argila, ocorre um aumento expressivo nos teores de Al, Fe e Ca, além de uma diminuição considerável no teor de Si, onde o teor de Al ultrapassa o valor do teor de Si.

5.2.2 WDXRF

A análise por WDXRF foi realizada apenas em uma amostra de TFSA dos perfis RQ e RL, devido a problemas técnicos que impediram a finalização das medições adicionais. No trabalho de Yanaguisawa (2019), as análises do perfil RY foram realizadas em triplicata, tanto na TFSA quanto nas frações (Tabela 5.8). Por esses motivos, não foram realizadas análises estatísticas.

Tabela 5.8 – Composição química da TFSA determinada por WDXRF, em porcentagem de massa.

Amostra	Composição química (%)							
	Si	Al	Fe	K	Ti	S	Mg	Ca
Neossolo Quartzarênico – RQ								
A	57,90(5)	26,70(2)	7,70(2)	2,31(2)	4,45(8)	0,098(8)	0,22(2)	0,08(2)
AC	58,10(5)	26,40(3)	7,61(2)	2,30(2)	4,65(7)	0,064(8)	0,31(2)	
CA	60,30(5)	24,90(2)	7,22(2)	2,12(2)	4,7(1)	0,395(5)	0,28(2)	0,09(2)
C1	56,70(5)	27,80(3)	7,76(2)	2,30(2)	4,75(8)	0,062(7)	0,25(2)	
C2	54,49(9)	35,00(6)	4,63(2)	1,57(3)	3,7(1)	0,098(8)	0,39(6)	
Neossolo Litólico – RL								
A	63,0(1)	25,36(6)	3,29(2)	4,53(5)	2,7(1)	0,06(1)	0,68(7)	
AC	58,62(9)	28,29(6)	4,57(3)	5,25(2)	2,1(1)	0,05(1)	0,82(7)	0,09(2)
C	53,27(9)	33,12(6)	4,23(2)	6,07(3)	2,0(1)	0,042(9)	1,09(6)	
Neossolo Flúvico – RY								
A	70,8(4)*	17,03(6)*	4,0(2)*	3,7(2)*	3,6(4)*	0,098(3)*		
C1	61,4(3)*	24,2(4)*	3,7(1)*	5,4(2)*	4,2(5)*	0,09(3)*	0,49(2)	
C2	56,7(3)*	29,0(3)*	4,1(3)*	4,55(6)*	4,5(2)*	0,10(1)*	0,42(4)	0,05(8)
C/R	95(3)*	4(2)*	0,27(3)*	0,4(2)*	1(1)*	0,02(3)*	0,02(3)	

Fonte: O autor

Nota: Nos perfis RQ e RL, o desvio entre parênteses refere-se ao valor dado pelo equipamento, com arredondamento na última casa significativa. No perfil RY, os elementos abaixo de 0,3% não foram apresentados na tabela, e suas somas estão abaixo de 0,6%, apresenta a média em triplicata e entre parênteses, é o desvio da média com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

De forma geral, os resultados do WDXRF indicaram teores mais elevados de Si e menores teores de Al, em comparação com os obtidos por EDXRF.

5.2.3 Índices de Intemperismo

A composição química da TFSA, determinada por XRF, foi utilizada para calcular os índices de intemperismo Ki e Kr. Esses índices foram estimados a partir dos resultados obtidos pelas técnicas EDXRF e WDXRF, apresentados anteriormente. Os cálculos foram realizados após a conversão dos elementos em óxidos, processo feito automaticamente pelos equipamentos de análise. Utilizando as Equações 3.1 e 3.2, os valores de Ki e Kr estão apresentados nas Tabelas 5.9 e 5.10, correspondendo aos dados obtidos pelos métodos EDXRF e WDXRF, respectivamente.

Tabela 5.9 – Concentração dos Al_2O_3 , SiO_2 e Fe_2O_3 em porcentagem de massa e os índices de intemperismo estimados por meio da EDXRF.

Estimados por meio da EDRAC					
Amostra	SiO ₂	Composição química (%)		Ki	Kr
		Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃		
Neossolo Quartzarênico - RQ					
A	51,8(4)ABe	42,8(3)Aa	2,2(1)ABa	2,06(3)Ab	1,99(3)Ab
AC	53(1)Ade	41(1)Aa	2,13(8)Aa	2,1(1)Ab	2,1(1)Ab
CA	53(1)Ade	43(1)Aa	1,6(3)Abc	2,1(1)Ab	2,1(1)Ab
C1	50,7(4)ABe	44,0(4)Aa	2,20(3)ABa	1,96(4)Ab	1,90(3)Ab
C2	50,1(6)Be	44,3(6)Aa	2,31(5)Ba	1,92(5)Ab	1,86(4)Ab
Neossolo Litólico – RL					
A	60(3)Abc	35(3)Acd	1,65(2)Ab	2,9(4)Ab	2,8(4)Ab
AC	56(3)ABcd	37(3)Abc	2,4(1)ABa	2,6(3)Ab	2,5(3)Ab
C	52,4(9)Bde	41,0(8)Aab	2,3(1)Ba	2,2(1)Ab	2,10(8)Ab
Neossolo Flúvico – RY					
A	64(2)Bb	31(1)Cd	1,3(1)Bc	3,5(2)Bb	3,4(2)Bb
C1	56(1)Ccd	38(1)Bbc	1,25(9)Cc	2,5(1)Bb	2,5(1)Bb
C2	50,7(2)De	41,1(6)Aa	1,34(7)Dbc	1,99(3)Bb	1,96(3)Bb
C/R	91(1)Aa	6(1)De	0,06(1)Ad	27(7)Aa	26(7)Aa

Fonte: O autor

Nota: As letras maiúsculas diferentes na coluna indicam que as médias das variáveis diferem estatisticamente entre os horizontes de um mesmo perfil, separadamente, enquanto as letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre todos os horizontes dos três perfis estudados, de forma geral, de acordo com o teste de Tukey, com nível de significância de 95%. Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa.

Tabela 5.10 – Concentração dos Al_2O_3 , SiO_2 e Fe_2O_3 em porcentagem de massa e os índices de intemperismo estimados por meio da WDXRF.

Estimados por meio da WDXRF:					
Amostra	Composição química (%)				Kr
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Ki	
Neossolo Quartzarênico - RQ					
A	60,40(8)	31,50(5)	3,62(2)	3,254(7)	3,03(2)
AC	60,60(8)	31,20(5)	3,58(2)	3,296(7)	3,07(2)
CA	62,90(9)	29,50(5)	3,36(2)	3,618(8)	3,37(2)
C1	59,00(9)	32,90(5)	3,66(1)	3,043(7)	2,84(1)
C2	55,50(8)	30,50(5)	3,33(1)	3,088(7)	2,89(1)
Neossolo Litólico – RL					
A	58,80(9)	20,60(5)	2,10(1)	4,84(1)	4,55(3)
AC	57,70(9)	24,40(5)	3,07(2)	4,01(1)	3,71(3)
C	53,80(9)	29,10(5)	2,94(2)	3,137(8)	2,95(2)
Neossolo Flúvico – RY					
A	73,8(3)	20,3(1)	1,78(9)	6,17(4)	5,8(3)
C1	63,7(3)	28,9(4)	1,68(5)	3,74(5)	3,6(1)
C2	57,7(6)	34,6(4)	1,8(1)	2,83(4)	2,7(2)
C/R	95(3)	4(3)	0,11(1)	40(29)	40(29)

Fonte: O autor

Nota: Nos perfis RQ e RL, o desvio entre parênteses refere-se ao valor dado pelo equipamento, com arredondamento na última casa significativa. No perfil RY apresenta a média em triplicata e entre parênteses, o desvio da média com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanagisawa (2019).

Novamente, salienta-se que os índices de intemperismo Ki e Kr são valores estimados, e conforme descrito nas Seções 3.1.5 e 5.2, a fim de comparação com os demais resultados da tese.

Os índices calculados apresentaram resultados coerentes e consistentes entre as duas técnicas, demonstrando boa representatividade da composição química analisada. Entretanto, os valores de K_i e K_r pelo EDXRF foram menores quando comparados aos do WDXRF, isso se deve às maiores concentrações de Al_2O_3 detectadas pelo EDXRF, pois nas equações de cálculo de K_i e K_r , o Al_2O_3 está no denominador. Por outro lado, os teores de SiO_2 e Fe_2O_3 foram maiores no WDXRF, o que, dependendo da composição química, pode resultar em valores de K_i e K_r menores, uma vez que o Fe_2O_3 também é considerado no denominador das equações. De acordo com Tech *et al.* (2022), que realizaram análises comparativas utilizando as duas técnicas e obtiveram tendências iguais nos resultados, conclui-se que a WDXRF possui maior sensibilidade e confiabilidade na análise química de solos.

No perfil RQ, os valores de K_i e K_r , determinados pela EDXRF, variaram de 1,86 a 2,1, indicando ser o perfil mais intemperizado entre os três estudados. O perfil RL apresentou variação entre 2,1 e 2,9, indicando ser menor grau de intemperização em comparação ao perfil RQ. O perfil RY, variou de 1,96 a 3,5, com exceção do horizonte RY C/R, que apresentou valor muito elevado de K_i e K_r , respectivamente de 27 e 26, caracterizando como solo pouco intemperizado. Ao analisar toda a topossequência, os horizontes são estatisticamente semelhantes, exceto pelo horizonte RY C/R, que apresentou índices K_i e K_r significativamente maiores, indicando ser o menos intemperizado nessa topossequência.

Nas duas técnicas, EDXRF e WDXRF, os índices K_i e K_r praticamente diminuem, exceto no perfil RY, que, no último horizonte, ocorre um aumento. Além disso, pode-se observar que os valores do horizonte RY A é maior que dos perfis RL e RQ. O horizonte RY C1, está entre os valores do perfil RL e maiores que do perfil RQ, o horizonte RY C2, apresenta um dos horizontes com maior grau de intemperismo, ficando abaixo de alguns horizontes do perfil RQ.

De acordo com IBGE (2007), quando os solos apresentam o índice $K_i \leq 2,0$, o solo é muito intemperizado e quando $K_i > 2,0$, o solo é pouco intemperizado. Portanto, pela EDXRF, apenas os horizontes RQ C1, RQ C2 e RY C2 são considerados muito intemperizados, enquanto pelo WDXRF, todos os horizontes são considerados pouco intemperizados.

5.3 COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA

Nas subseções seguintes, são apresentados os minerais identificados na TFSA e em suas frações, areia, silte e argila, analisados qualitativamente por FTIR e XRD, e quantitativamente pelo RM-XRD. As abreviações utilizadas para os minerais seguem a padronização proposta por Warr (2020).

A análise mineralógica por FTIR e XRD foi auxiliado pela composição química e pelos minerais identificados e relatados em estudos de outros Neossolos. As indicações preliminares obtidas nas análises mostraram convergência, sendo posteriormente confirmados pelos resultados do RM-XRD ao encontrar os minerais que apresentaram melhores ajustes no refinamento.

Os minerais da topossequência foram relatados em alguns trabalhos relacionados aos Neossolos (RQ, RL e RY). No perfil RQ, foram relatados a presença de quartzo (Nogueira, *et al.*, 2024; Medeiros *et al.*, 2012; Alves, 2022; Pires *et al.*, 2024), caulinita (Nogueira, *et al.*, 2024; Fonseca *et al.*, 2021; Medeiros *et al.*, 2012; Alves, 2022; Pires *et al.*, 2024), gibbsita (Nogueira, *et al.*, 2024; Fonseca *et al.*, 2021; Pires *et al.*, 2024), ilita (Alves, 2022; Pires *et al.*, 2024), muscovita (Nogueira, *et al.*, 2024), magnetita (Pires *et al.*, 2024) e calcita (Nogueira, *et al.*, 2024; Pires *et al.*, 2024). No perfil RL, os minerais relatados foram quartzo (Bortoluzzi *et al.*, 2012), caulinita (Fernandes, 2024; Bortoluzzi *et al.*, 2012), gibbsita (Fernandes, 2024), muscovita (Bortoluzzi *et al.*, 2012) e rutilio (Bortoluzzi *et al.*, 2012). E no perfil RY, foram relatados quartzo (Corrêa *et al.*, 2013; Portugal, 2009; Magalhães; Gomes, 2013; Lima *et al.*, 2006), caulinita (Corrêa *et al.*, 2013; Portugal, 2009; Magalhães; Gomes, 2013; Lima *et al.*, 2006; Castro, Vendrame e Pinese, 2014), gibbsita (Castro, Vendrame e Pinese, 2014), ilita (Corrêa *et al.*, 2013; Portugal, 2009; Magalhães; Gomes, 2013; Lima *et al.*, 2006; Castro, Vendrame e Pinese, 2014), muscovita (Magalhães; Gomes, 2013), rutilio (Magalhães e Gomes, 2013).

5.3.1 FTIR

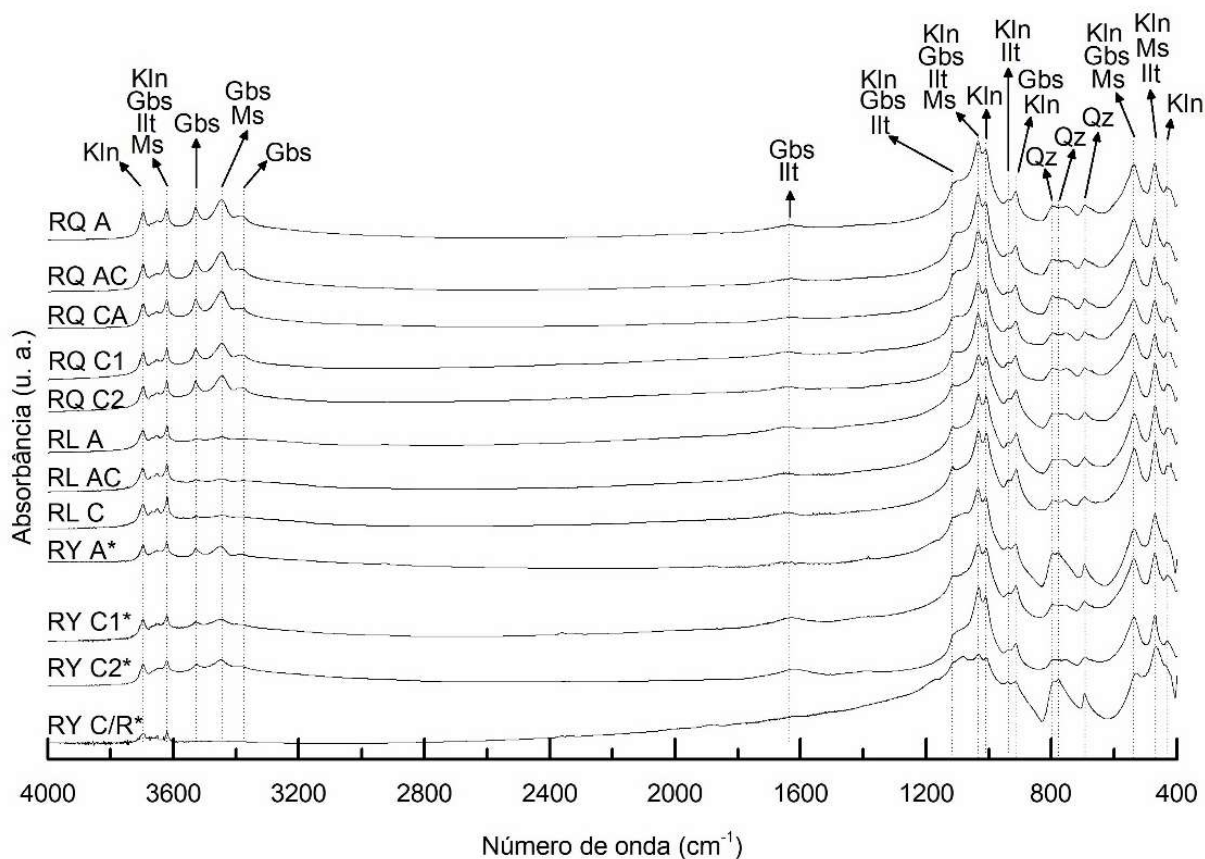
As Figuras 5.33 a 5.40 apresentam os resultados do FTIR da TFSA e suas frações, areia, silte e argila, com espectros medidos nos intervalos de número de ondas de 4000 a 400 cm^{-1} e 600 a 240 cm^{-1} no modo absorbância. Para cada amostra, foi selecionado o espectro com bandas mais definidas e representativo entre as repetições realizadas. A apresentação segue a ordem dos horizontes de cima para baixo: RQ A, RQ AC, RQ CA, RQ C1, RQ C2, RL A, RL

AC, RL C, RY A, RY C1, RY C2 e RY C/R. A análise dos minerais foi feita comparando todos os horizontes e todas as frações simultaneamente, facilitando a identificação e a interpretação dos resultados. A indicação teve como auxílio os resultados de Yanagisawa (2019), devido a semelhança nos espectros.

Na TFSA, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} (Figura 5.33), foram identificados os minerais quartzo (Qz), caulinita (Kln), gibbsita (Gbs), ilita (Ilt) e muscovita (Ms), baseando-se nas vibrações características de cada mineral, conforme descrito por Gadsden (1975). A caulinita é identificada com maior clareza no horizonte RY C/R, onde o número de onda de 3696 cm^{-1} e 3624 cm^{-1} possui intensidade de vibração fortes, característico deste mineral. As vibrações em 3520 cm^{-1} e entre 3445 e 3427 cm^{-1} são característicos do mineral gibbsita, presente em todo o perfil RQ e na maior parte do perfil RY, horizontes RY A, RY C1 e RY C2, exceto no horizonte RY C/R, onde está ausente. O mineral quartzo, é identificado com maior clareza nas regiões de 805 a 796 cm^{-1} , 785 a 775 cm^{-1} e 697 a 692 cm^{-1} (Gadsden, 1975), sendo mais evidente nos horizontes RY A e RY C/R, mas presentes em todos os horizontes.

Outros minerais como ilita e muscovita, possuem intervalo de vibração que podem coincidir entre si e com a gibbsita e a caulinita. A ilita apresenta vibrações fortes em 3630 cm^{-1} e no intervalo de 1025 a 1010 cm^{-1} , enquanto a muscovita possui vibrações fortes entre 1030 e 1021 cm^{-1} , 530 e 500 cm^{-1} e 480 e 470 cm^{-1} . Além disso, esses minerais possuem vibrações características de argilominerais nos intervalos de 3200 a 3700 cm^{-1} , conforme Velde (1992) que possuem a ligação OH (Quadro 3.2).

Figura 5.33 – Espectro FTIR da TFSA nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorvância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}



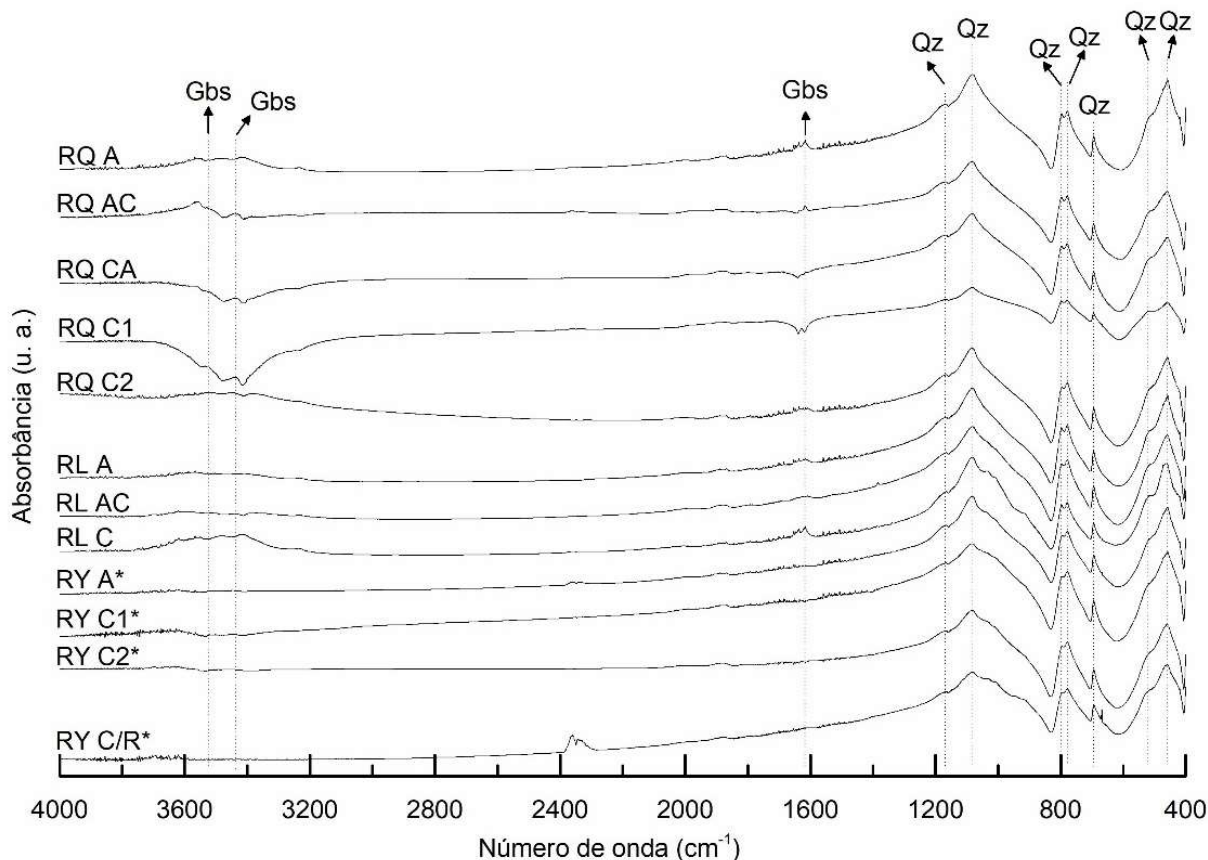
Fonte: O autor

Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanagisawa (2019)

Na análise da fração areia, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} (Figura 5.34), predominam as vibrações características do quartzo, com as suas principais vibrações que ficam localizados abaixo de 1200 cm^{-1} . Nesta fração, não são observadas regiões das vibrações atribuídas aos minerais caulinita, illita e muscovita, que estavam presentes nos espectros da TFSA.

O mineral gibbsita pode ser identificado principalmente nos horizontes do perfil RQ e no perfil RL, no horizonte RL C, com vibrações muito forte em 3520 cm^{-1} e entre 3444 e 3428 cm^{-1} , indicando uma presença expressiva nesses horizontes.

Figura 5.34 – Espectro FTIR da fração areia nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}



Fonte: O autor

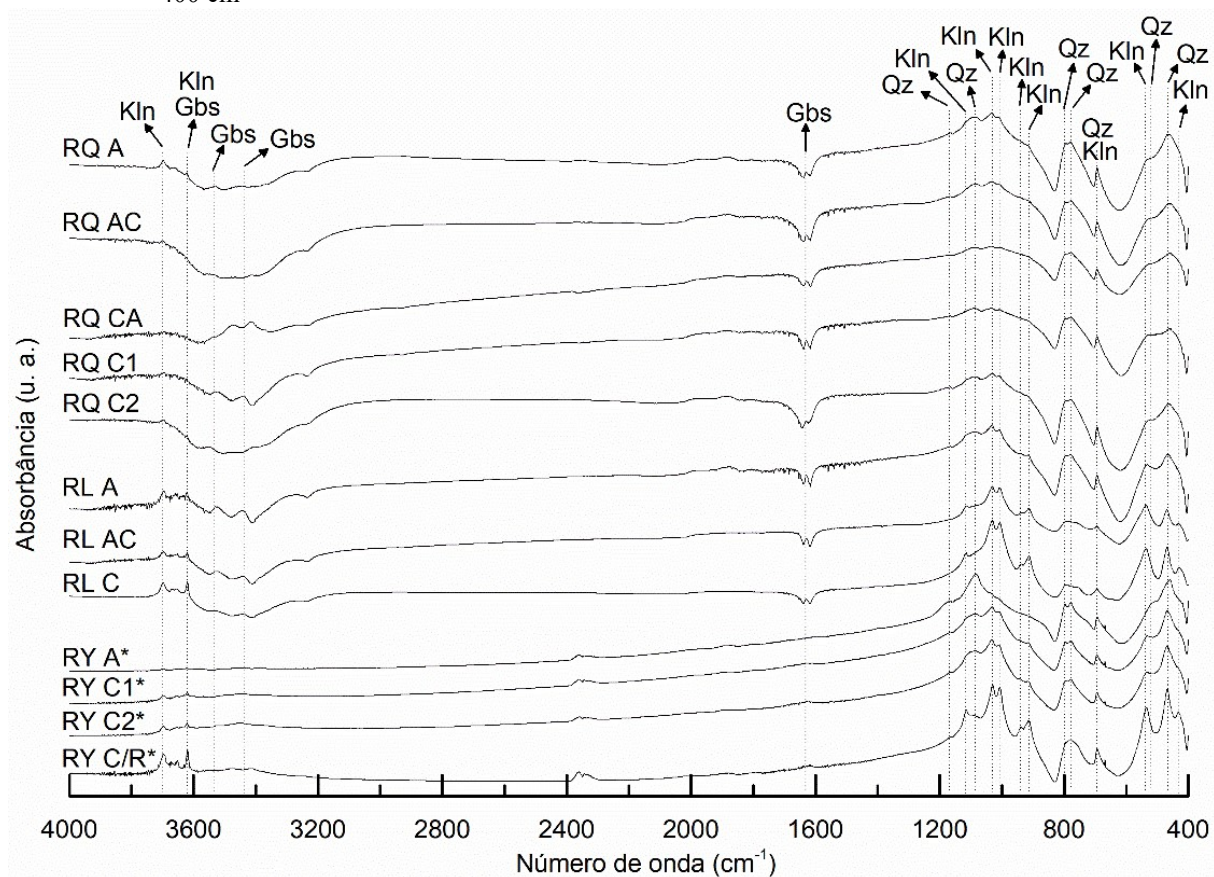
Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Na análise da fração silte, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} (Figura 5.35), foram identificados os mesmos minerais observados na TFSA, como quartzo, caulinita, gibbsita, ilita e muscovita. No entanto, o quartzo apresenta-se mais evidente, especialmente devido aos intervalos de 805 a 796 cm^{-1} , 785 a 775 cm^{-1} e 697 a 692 cm^{-1} .

Os horizontes do perfil RY apresentam-se praticamente livres de vibrações nos intervalos de 3200 a 3700 cm^{-1} , indicando baixa concentração de argilominerais, com destaque para o horizonte RY A, onde o quartzo é claramente predominante.

Os horizontes do perfil RY apresentam-se praticamente livres de vibrações na faixa de 3200–3700 cm^{-1} , indicando uma baixa presença de argilominerais, com destaque para o horizonte RY A, onde o quartzo é claramente predominante.

Figura 5.35 – Espectro FTIR da fração silte nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}



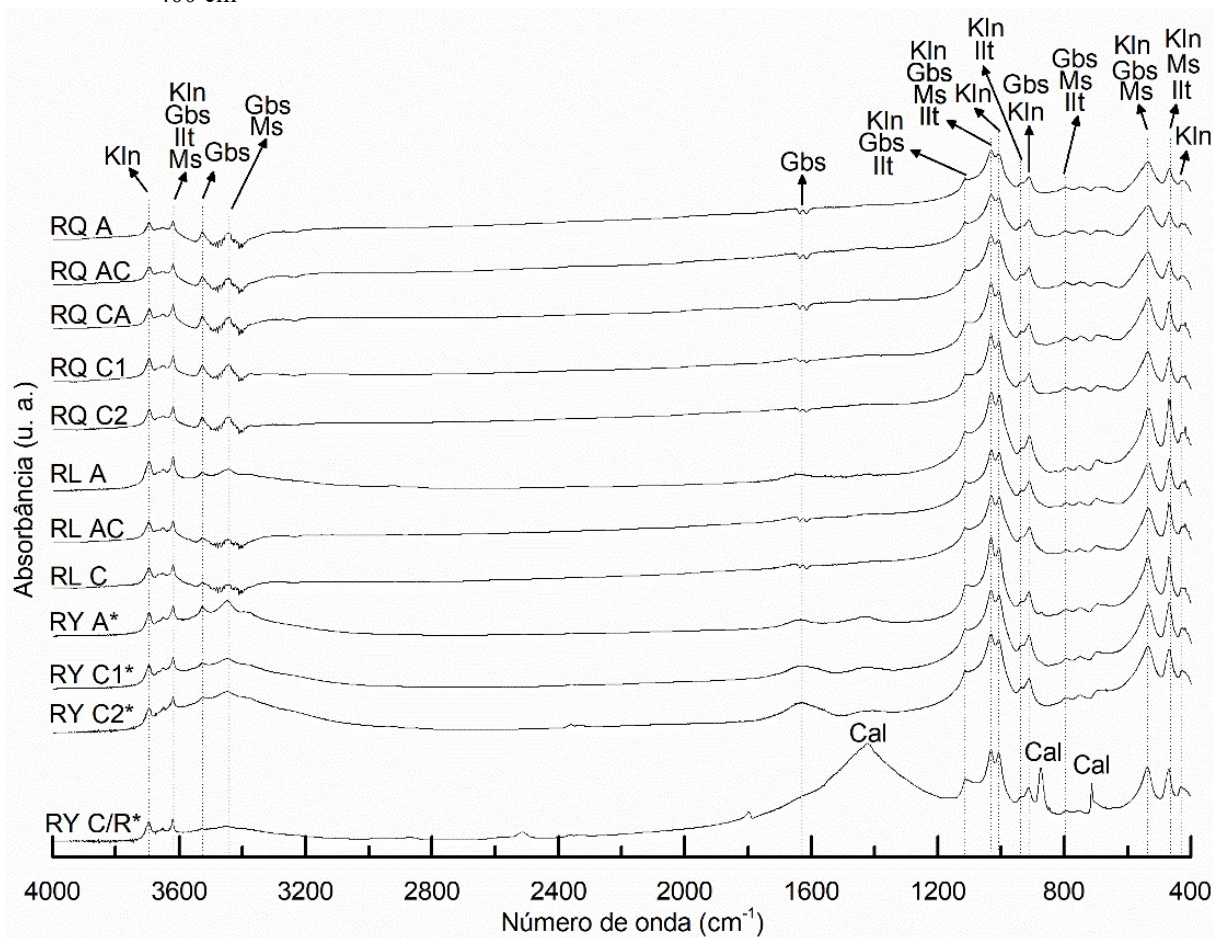
Fonte: O autor

Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Na análise da fração argila, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} (Figura 5.36), foram identificados os mesmos minerais observados na TFSA, mas, diferentemente da fração silte, as vibrações características do quartzo não são observadas, permanecendo as vibrações referentes aos minerais caulinita, gibbsita, illita e muscovita.

Todos os espectros FTIR mostraram-se parecidos, com exceção do horizonte RY C/R, indicando a predominância da calcita, que tem como provável origem o flocculante CaCl_2 utilizado em excesso para obtenção de amostras em Yanaguisawa (2018), devido ao seu teor extremamente baixo de argila.

Figura 5.36 – Espectro FTIR da fração argila nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorbância e intervalo de 4000 a 400 cm^{-1}



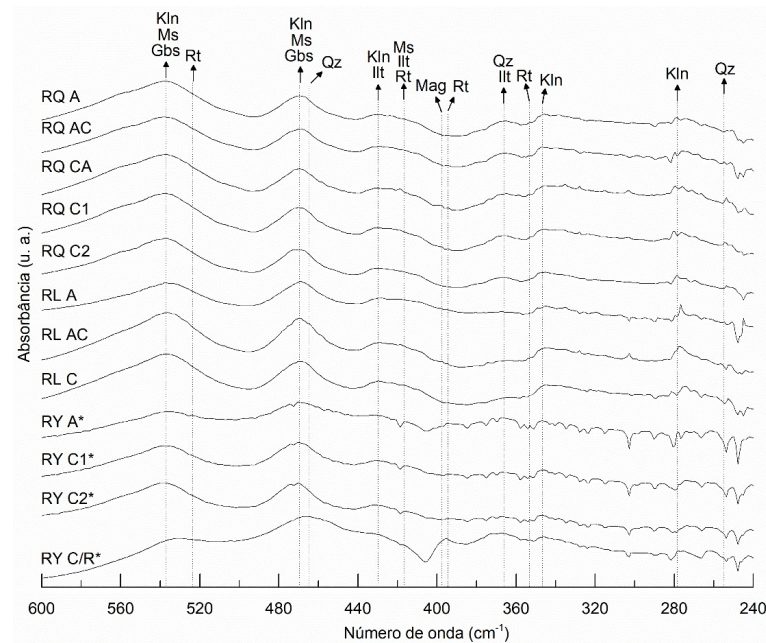
Fonte: O autor

Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Minerais como rutílio e magnetita possuem vibração em intervalos de número de onda menores, tornando essencial a análise nos intervalos de 600 a 240 cm^{-1} , as Figuras 5.37 a 5.40 apresentam os espectros FTIR nesse intervalo. A composição química das amostras, que indica a presença de elementos como Ti e Fe, sugere a ocorrência de óxidos de titânio e ferro. Os minerais mais prováveis para representar esses elementos são o rutílio e a magnetita, como corroborado pelos resultados do RM-XRD e por estudos prévios de outros Neossolos.

Na análise da TFSA, no intervalo de 600 a 240 cm^{-1} (Figura 5.37), as regiões de vibrações pertencem aos mesmos minerais secundários caulinita, muscovita e illita, apresentado no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} . As vibrações características do rutílio foram registradas em 525, 423, 390 e 352 cm^{-1} , enquanto as da magnetita ocorreram em 575 e 410 cm^{-1} .

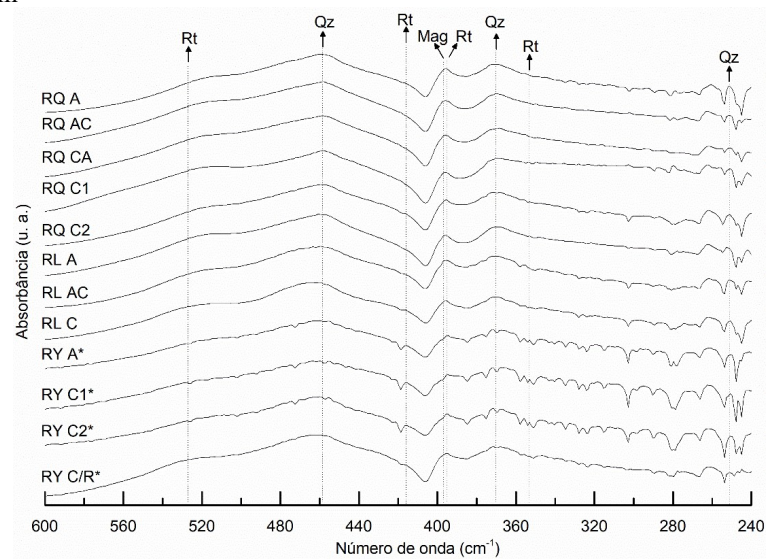
Figura 5.37 – Espectro FTIR da TFSA nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorvância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}



Fonte: O autor

Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Figura 5.38 – Espectro FTIR da fração areia nos perfis RQ, RL e RY, no modo absorvância e intervalo de 600 a 240 cm^{-1}



Fonte: O autor

Nota: *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019)

Na análise da fração silte, no intervalo de 600 a 240 cm^{-1} (Figura 5.39), a maioria dos horizontes apresentou vibrações características de quartzo. Contudo, nos horizontes RL AC, RL C e RY C/R, observou-se a predominância de caulinita, como verificado no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} da mesma fração (Figura 5.35), pelas vibrações nos intervalos de 3200 a 3700 cm^{-1} .

Na análise da fração argila, no intervalo de 600 a 240 cm^{-1} (Figura 5.40), a maioria dos horizontes apresentou predominância de vibrações características dos minerais caulinita, gibbsita, ilita e muscovita, com resultados bastante semelhantes entre si, com exceção do horizonte RY C/R que apresentou vibração da calcita, destacando-se nessa região, como verificado no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} (Figura 5.36).

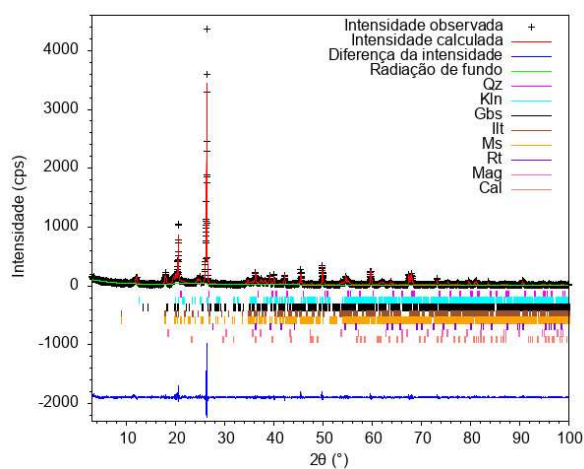
5.3.2 RM-XRD

Durante as análises preliminares de FTIR e XRD, os minerais identificados foram sendo testados verificando se alcançavam ajustes adequados no RM-XRD. Por exemplo, pela indicação do Fe na composição química, foram testados minerais como hematita, ilmenita, magnetita e goethita, que são óxidos de ferro comumente encontrados nos solos (Silva, 2015) e relatados em outros estudos de Neossolos. Como o mineral que teve o melhor ajuste foi a magnetita, mostrando ser o mais provável, ele foi mantido, corroborando com Cornell e Schwertmann (2003), porque é o óxido de ferro encontrado em regiões tropicais e subtropicais, na qual Baliza-GO está localizada.

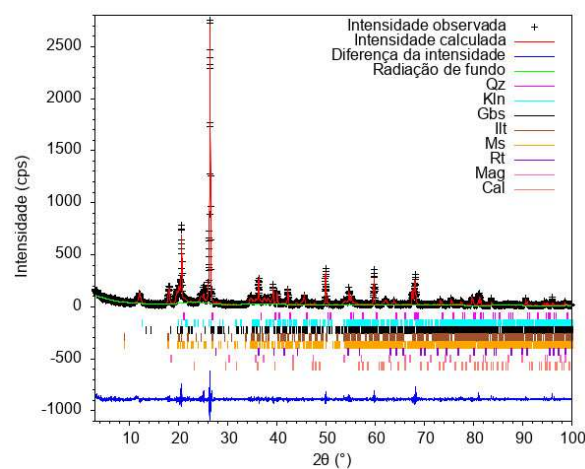
As Figuras 5.41 a 5.44 mostram os resultados do RM-XRD para a TFSA e suas frações. Em cada gráfico, a cruz (+) representa o resultado experimental do XRD, a linha vermelha corresponde ao difratograma teórico refinado, a linha azul indica a diferença entre os resultados experimental e teórico, e a linha verde representa a radiação de fundo. Os picos de difração dos minerais presentes são destacados com cores específicas: quartzo (magenta), caulinita (ciano), gibbsita (preto), ilita (marrom), muscovita (laranja), rutílio (roxo), magnetita (rosa) e calcita (laranja avermelhada). As Tabelas 5.11 a 5.14 apresentam a composição mineralógica em porcentagem de massa para cada mineral, além dos índices de qualidade $\sqrt{\chi^2}$.

Figura 5.41 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da TFSA para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

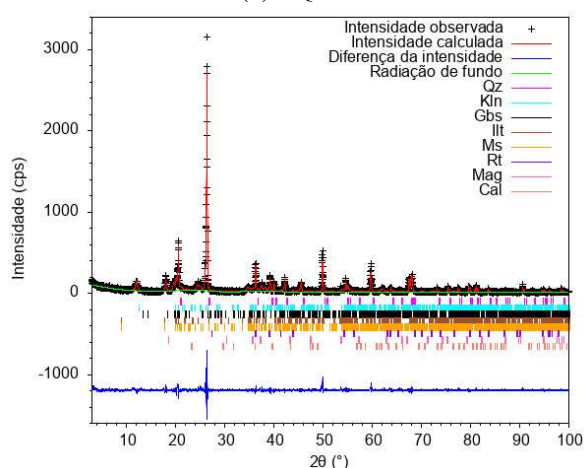
(continua)



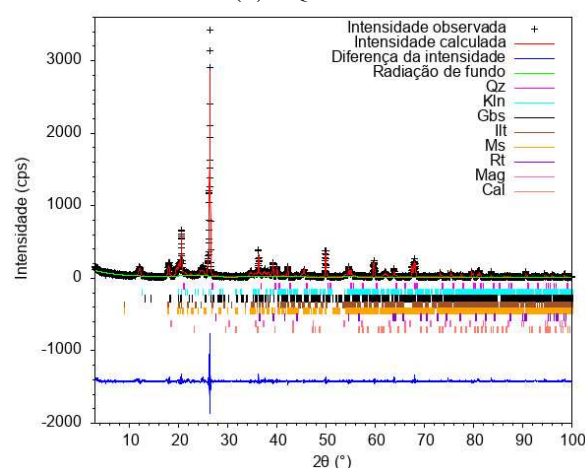
(a) RQ A



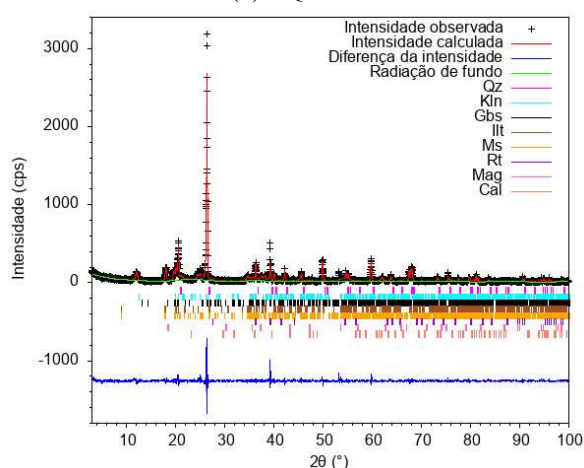
(b) RQ AC



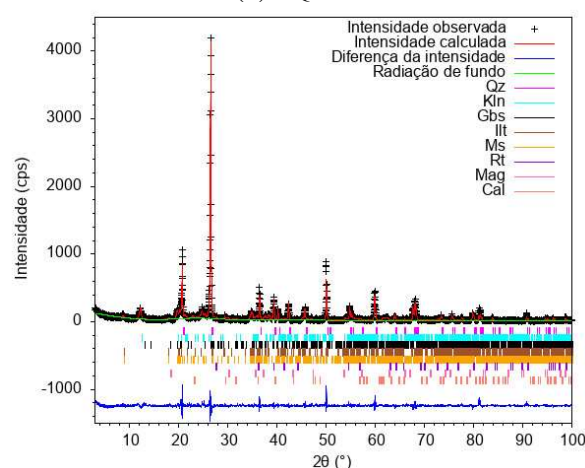
(c) RQ CA



(d) RQ C1



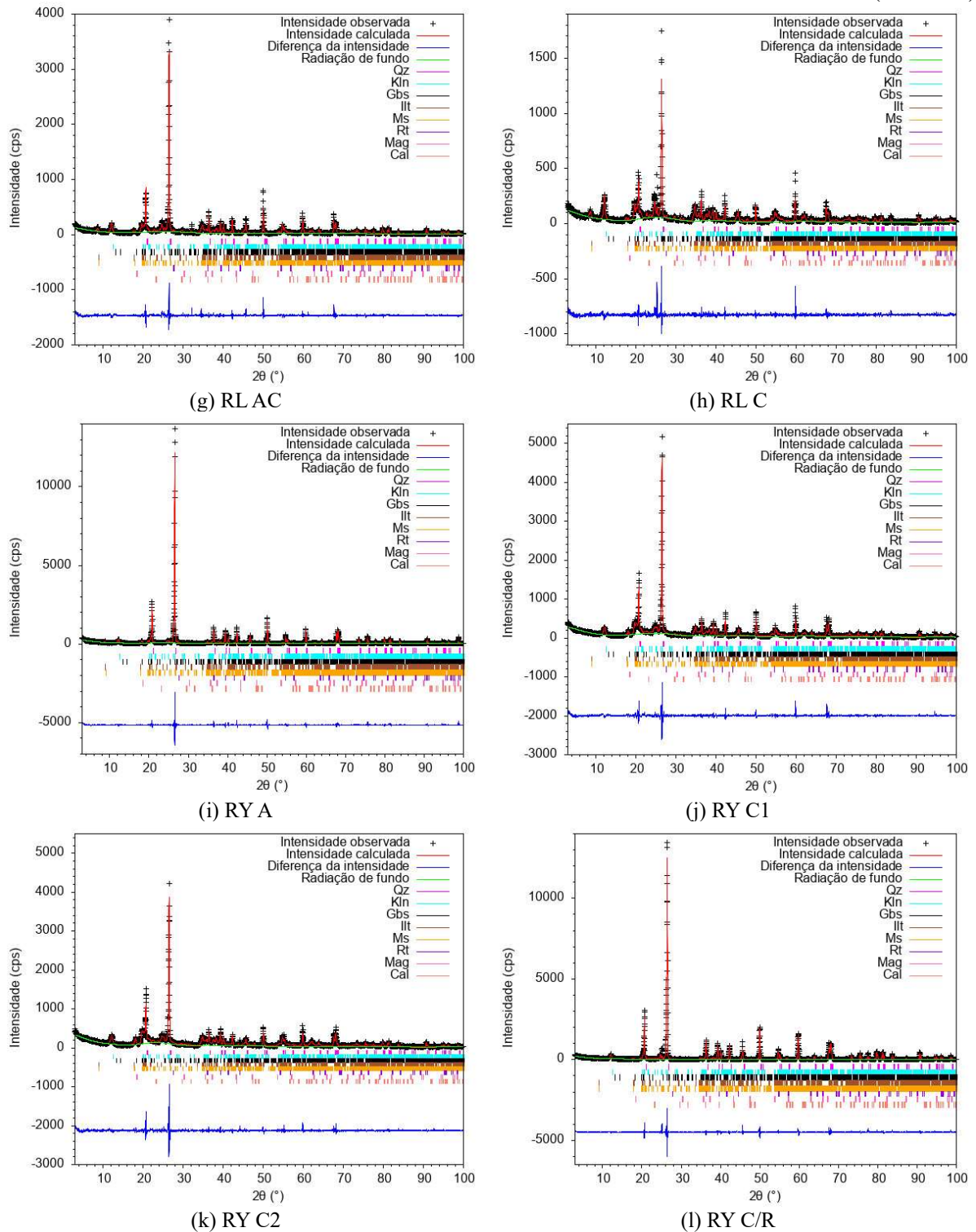
(e) RQ C2



(f) RL A

Figura 5.41 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da TFSA para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

(conclusão)



Fonte: O autor

Figura 5.42 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração areia para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

(continua)

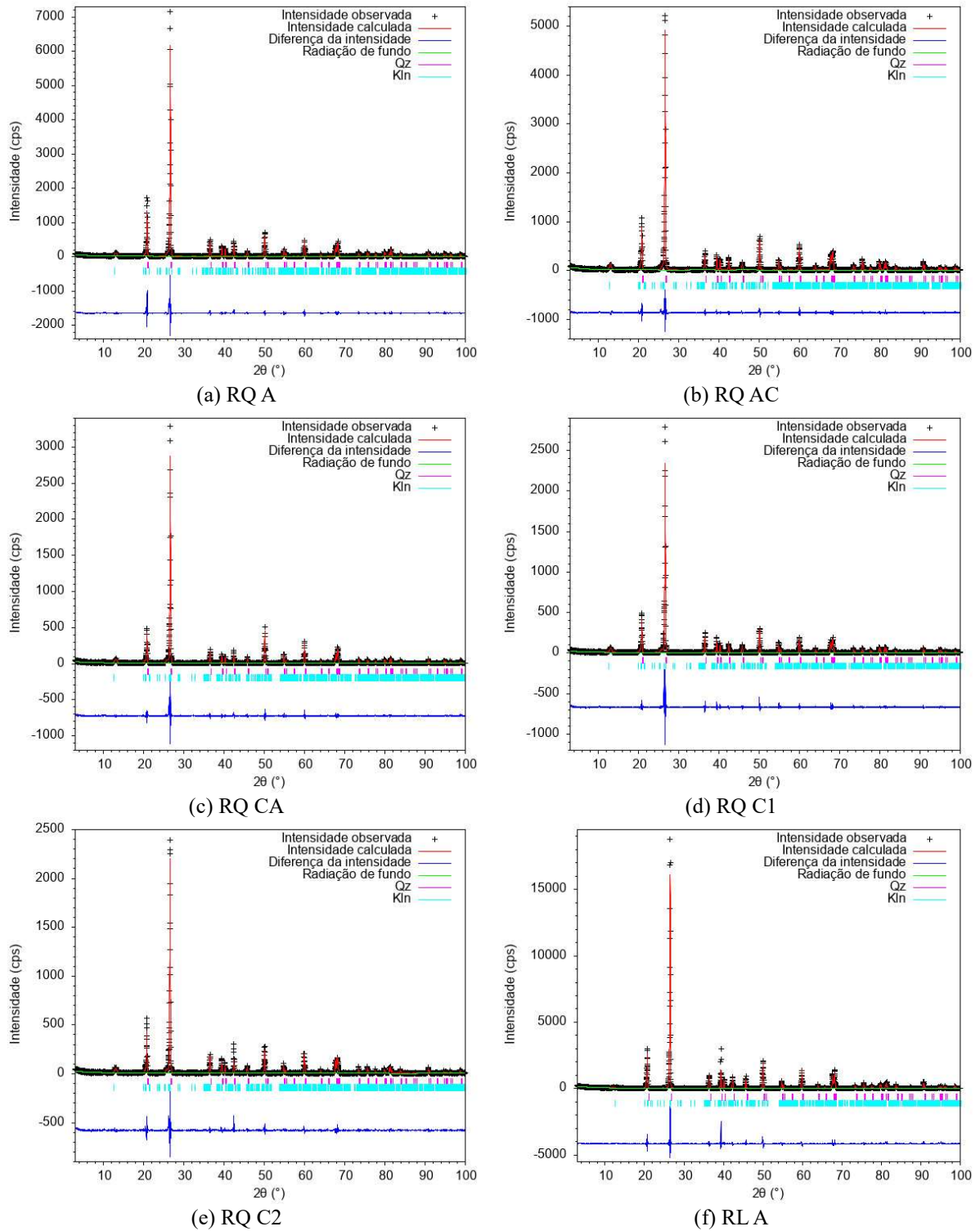
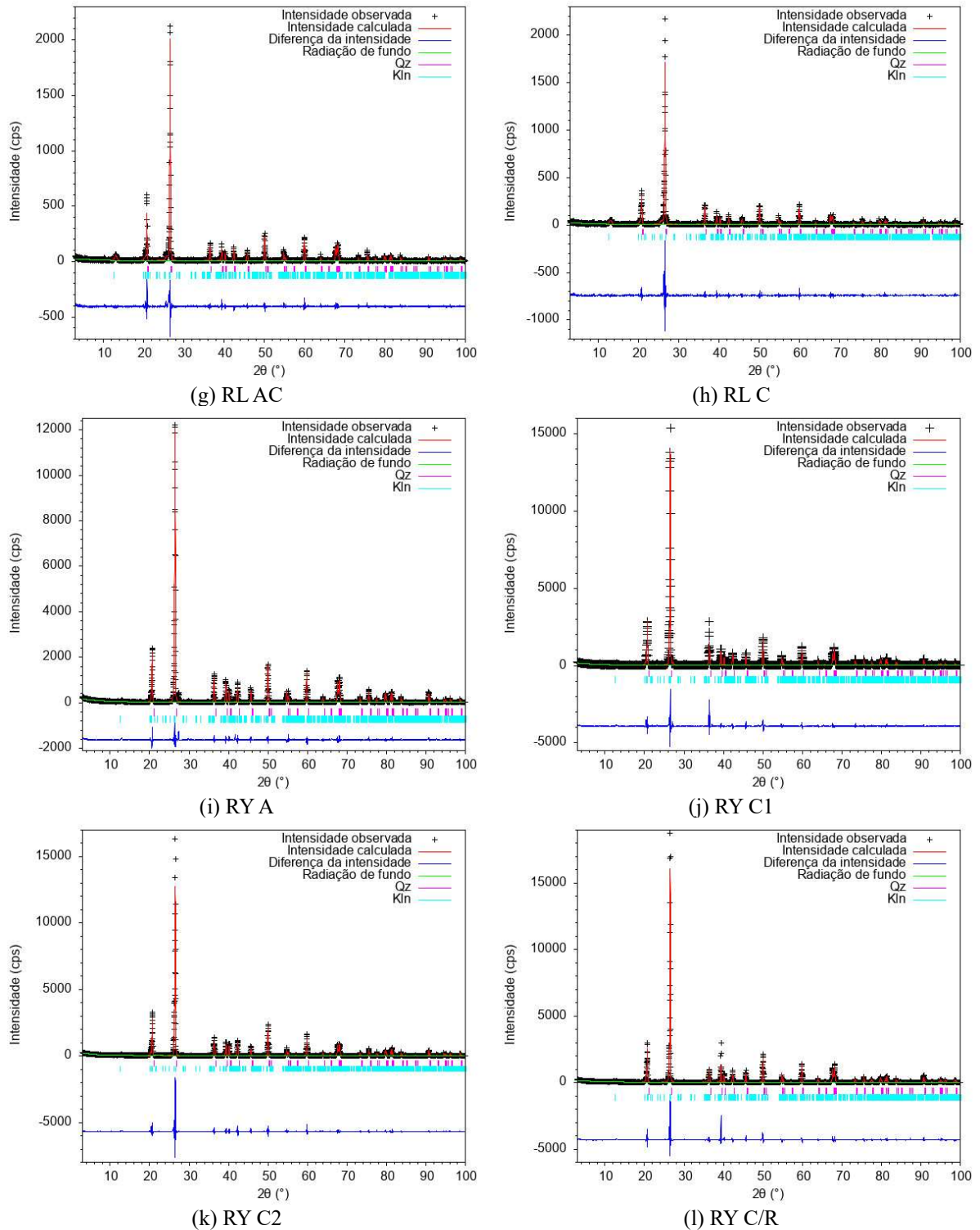


Figura 5.42 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração areia para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

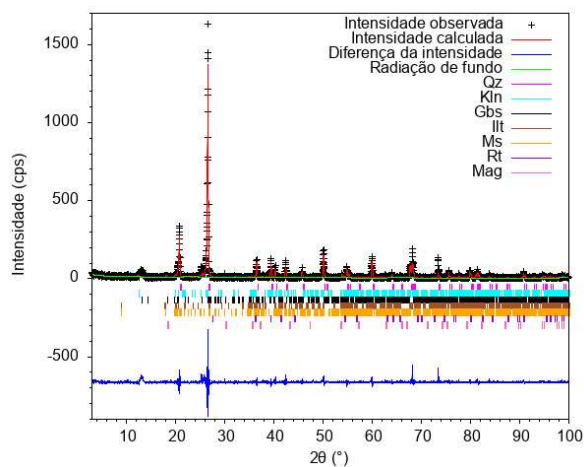
(conclusão)



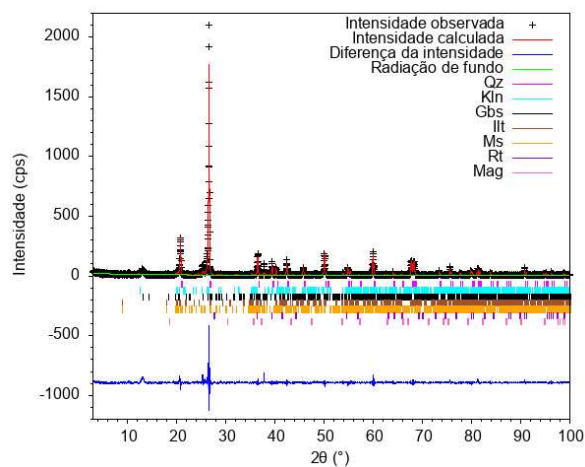
Fonte: O autor

Figura 5.43 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração silte para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

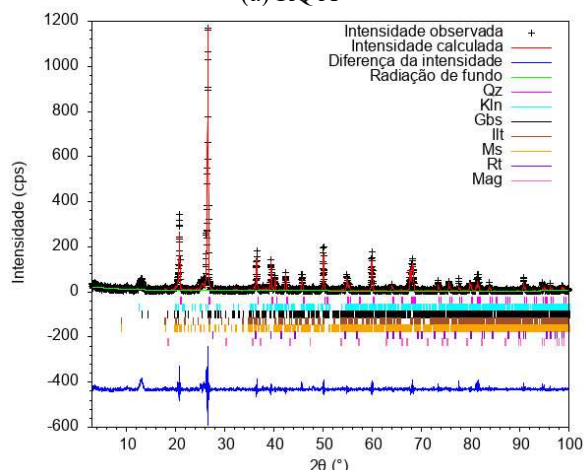
(continua)



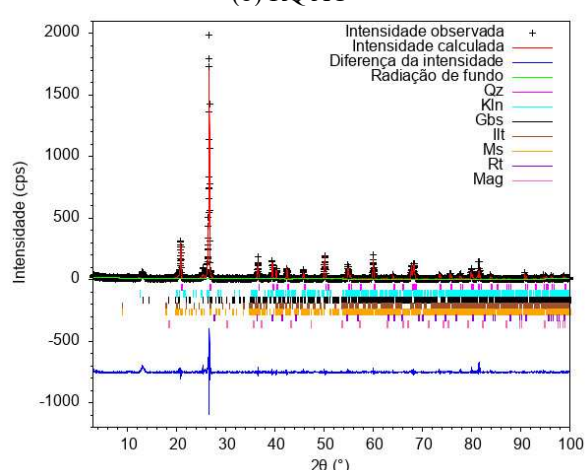
(a) RQ A



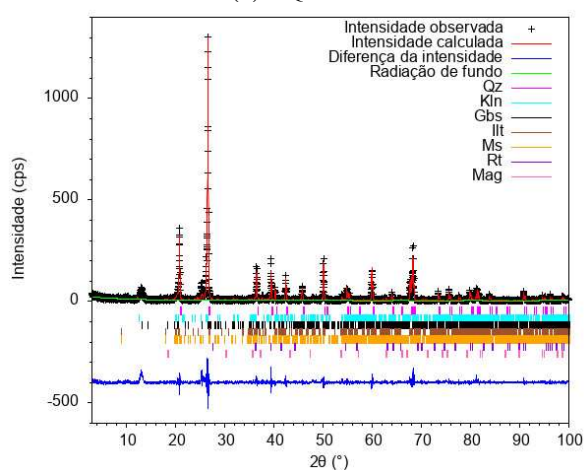
(b) RQ AC



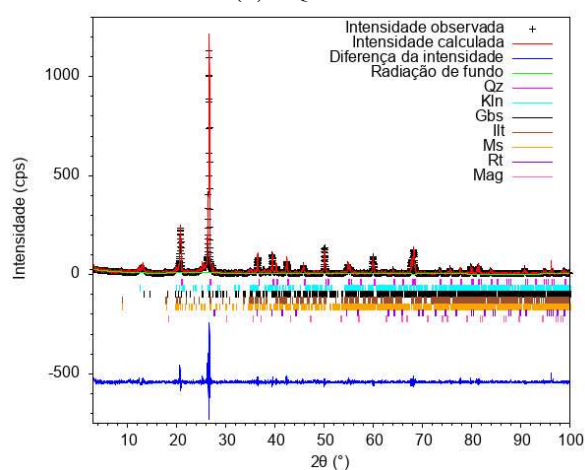
(c) RQ CA



(d) RQ C1



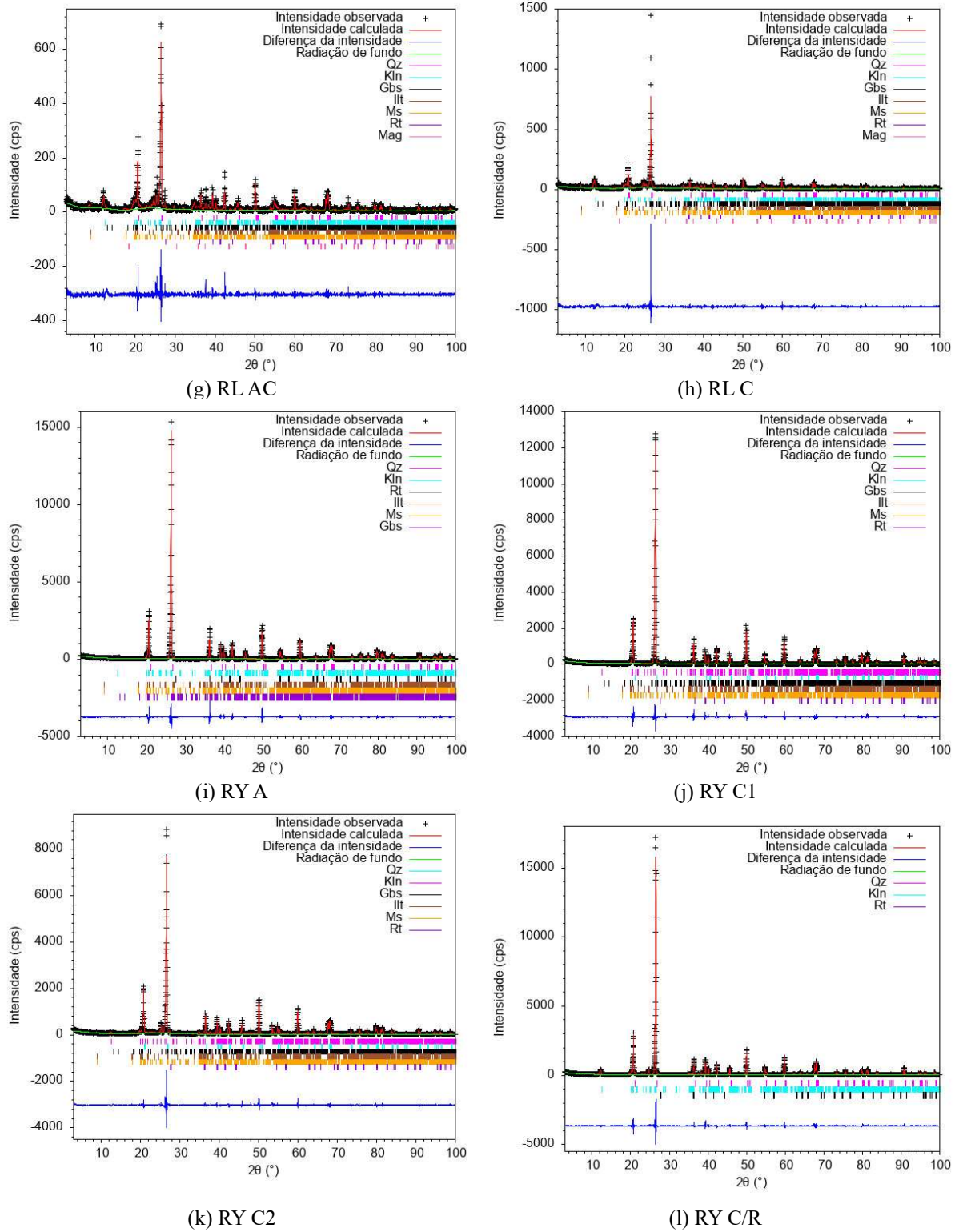
(e) RQ C2



(f) RL A

Figura 5.43 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração silte para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R

(conclusão)



Fonte: O autor

Figura 5.44 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração argila para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R.

(continua)

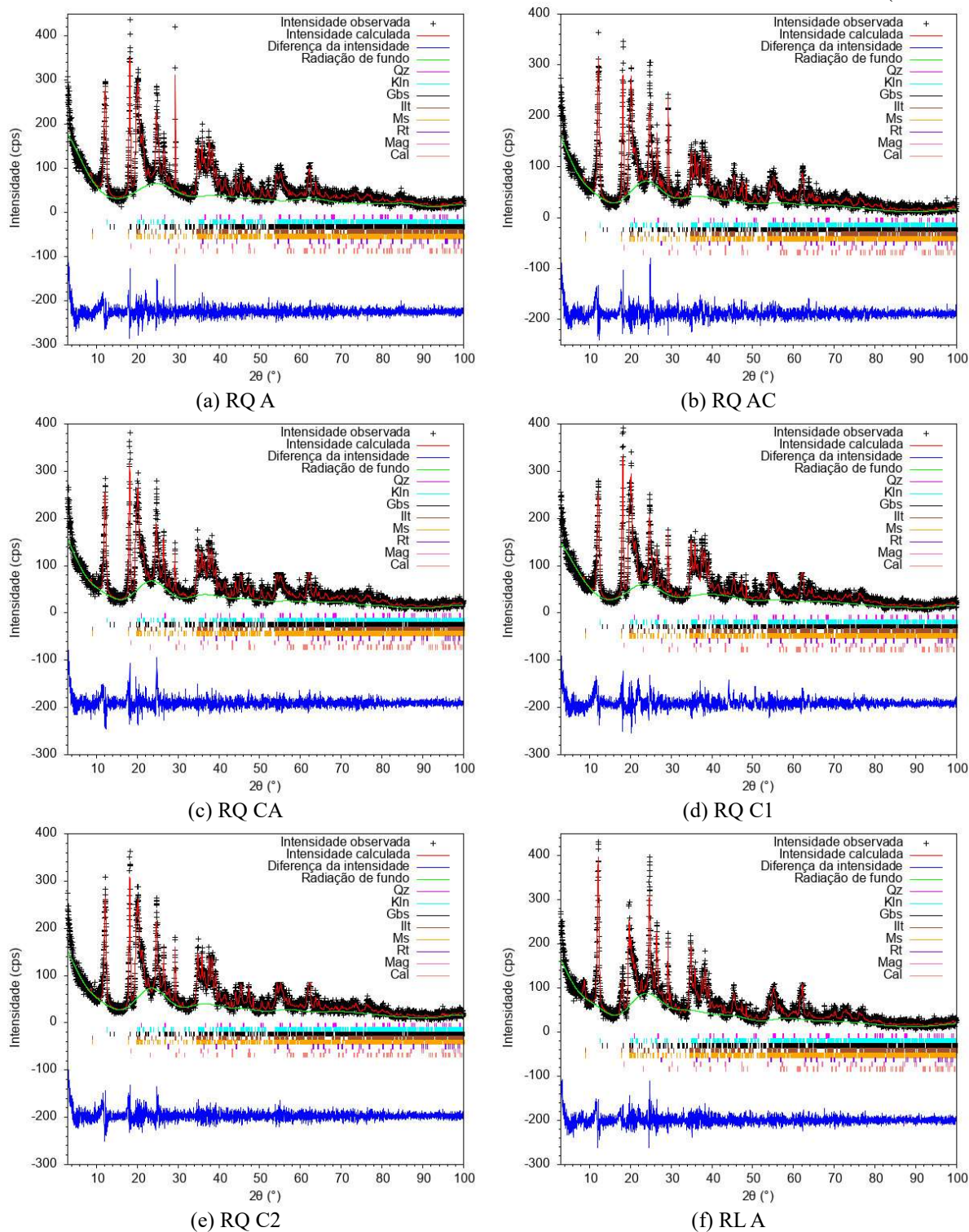
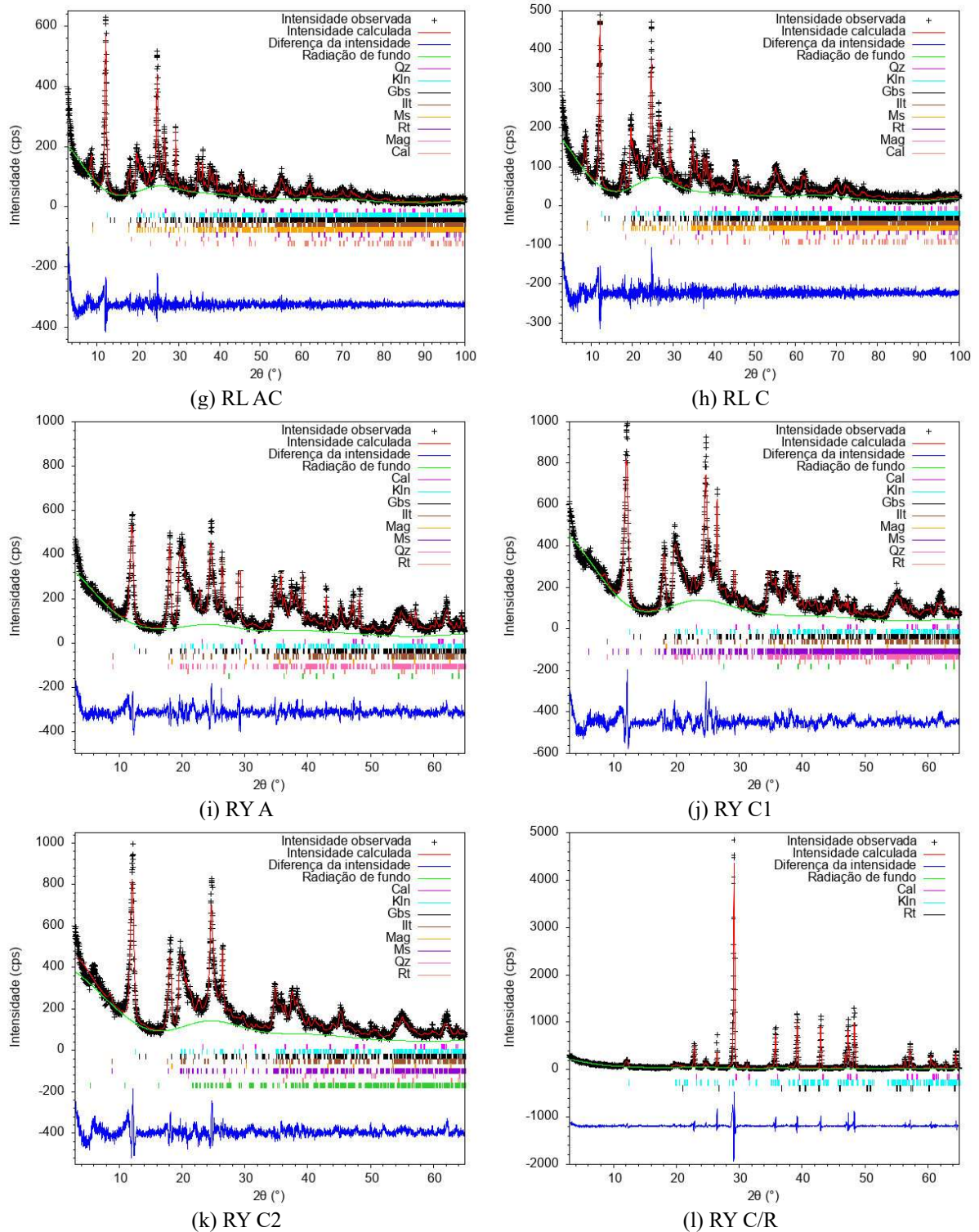


Figura 5.44 – Gráficos de refinamento pelo Método de Rietveld da fração argila para os horizontes dos perfis RQ, RL e RY: (a) RQ A, (b) RQ AC, (c) RQ CA, (d) RQ C1, (e) RQ C2, (f) RL A, (g) RL AC, (h) RL C, (i) RY A, (j) RY C1, (k) RY C2 e (l) RY C/R.

(conclusão)



Fonte: O autor

Nota: A quantificação mineralógica da fração argila do perfil RY foi feita primeiramente em Yanagisawa (2019) e a análise qualitativa da fração argila do perfil RQ realizada primeiramente em Pires *et al.* (2024)

Tabela 5.11 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a TFSA dos perfis RQ, RL e RY

Composição mineralógica (%)									
Amostra	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal	$\sqrt{\chi^2}$
Neossolo Quartzarênico - RQ									
A	52,0(2)	22,9(2)	10,0(2)	4,5(2)	7,2(2)	1,0(1)	1,47(7)	0,83(8)	1,39
AC	59,4(2)	13,4(2)	12,2(3)	5,7(3)	6,6(3)	0,73(1)	1,13(9)	0,9(1)	1,37
CA	54,6(2)	19,2(2)	12,5(3)	4,6(3)	6,4(3)	1,0(1)	1,2(9)	0,54(9)	1,37
C1	55,1(2)	17,9(2)	12,0(2)	4,6(2)	7,1(3)	0,9(1)	1,40(9)	1,0(1)	1,39
C2	58,3(2)	15,3(2)	11,0(3)	5,6(2)	7,1(3)	0,7(1)	1,02(8)	1,0(1)	1,46
Neossolo Litólico – RL									
A	68,1(1)	13,1(2)	3,2(2)	4,3(2)	8,4(3)	0,39(9)	1,80(7)	0,74(9)	1,51
AC	61,5(1)	19,8(2)	2,0(2)	4,4(2)	10,8(3)	0,40(7)	0,80(6)	0,28(6)	1,49
C	44,7(2)	33,7(2)	1,7(2)	6,4(2)	11,3(3)	0,9(2)	0,8(1)	0,52(8)	1,37
Neossolo Flúvico – RY									
A	71,96(9)	13,9(2)	4,8(1)	2,5(1)	4,9(2)	0,67(5)	0,63(5)	0,65(6)	1,82
C1	52,1(1)	18,6(2)	6,4(2)	6,9(2)	11,7(2)	1,7(1)	1,10(7)	1,4(1)	1,61
C2	40,8(1)	26,4(2)	9,4(2)	7,4(2)	12,8(3)	1,3(1)	1,3(1)	0,63(7)	1,60
C/R	75,70(7)	12,7(1)	1,58(9)	4,5(1)	3,51(1)	0,54(4)	0,39(3)	1,01(7)	1,89

Fonte: O autor

Nota: Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa

Tabela 5.12 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração areia dos perfis RQ, RL e RY

Composição mineralógica (%)									
Amostra	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal	$\sqrt{\chi^2}$
Neossolo Quartzarênico - RQ									
A	96,50(2)	3,50(7)	-	-	-	-	-	-	1,84
AC	94,23(3)	5,75(9)	-	-	-	-	-	-	1,52
CA	97,20(2)	2,80(7)	-	-	-	-	-	-	1,50
C1	95,44(3)	4,6(1)	-	-	-	-	-	-	1,63
C2	94,27(4)	5,7(2)	-	-	-	-	-	-	1,48
Neossolo Litólico – RL									
A	95,70(3)	4,3(1)	-	-	-	-	-	-	1,45
AC	92,78(5)	7,2(2)	-	-	-	-	-	-	1,47
C	94,09(5)	5,9(2)	-	-	-	-	-	-	1,53
Neossolo Flúvico – RY									
A	95,60(1)	4,40(9)	-	-	-	-	-	-	1,90
C1	97,890(9)	1,57(3)	-	-	-	-	-	-	2,37
C2	96,31(2)	3,41(4)	-	-	-	-	-	-	2,35
C/R	83,44(6)	16,6(2)	-	-	-	-	-	-	2,47

Fonte: O autor

Nota: Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa

Tabela 5.13 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração silte dos perfis RQ, RL e RY

Composição mineralógica (%)									
Amostra	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal	$\sqrt{\chi^2}$
Neossolo Quartzarênico - RQ									
A	81,7(2)	6,4(2)	4,3(3)	2,3(3)	3,7(3)	0,4(1)	1,11(9)	-	1,41
AC	79,5(1)	5,3(1)	4,4(4)	2,5(2)	5,9(3)	0,4(1)	2,05(9)	-	1,44
CA	81,7(1)	4,7(1)	3,1(3)	2,4(2)	6,2(3)	0,19(5)	1,68(8)	-	1,42
C1	81,2(1)	5,0(2)	4,6(4)	2,3(3)	4,7(2)	0,4(1)	1,8(1)	-	1,42
C2	78,9(1)	5,8(2)	3,3(3)	2,7(2)	6,8(3)	0,8(1)	1,8(1)	-	1,41
Neossolo Litólico – RL									
A	71,1(2)	9,6(2)	10,3(5)	1,9(2)	5,1(4)	0,47(5)	1,5(3)	-	1,31
AC	53,0(3)	22,4(4)	2,4(3)	4,2(3)	15,5(5)	0,9(1)	1,6(5)	-	1,24
C	63,1(3)	23,6(4)	0,9(2)	5,2(4)	5,5(3)	0,7(2)	0,9(2)	-	1,27
Neossolo Flúvico – RY									
A	93,57(2)	6,18(5)	0,09(5)	0,020(6)	0,11(8)	0,030(3)	-	-	1,93
C1	89,11(4)	5,61(8)	1,84(8)	1,01(6)	1,9(1)	0,50(3)	-	-	1,90
C2	72,07(9)	13,6(1)	5,4(1)	1,94(6)	6,5(1)	0,53(3)	-	-	1,62
C/R	83,71(5)	16,2(1)	-	-	-	-	-	-	1,95

Fonte: O autor

Nota: Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa

Tabela 5.14 – Composição mineralógica em porcentagem de peso determinada pelo RM-XRD para a fração argila dos perfis RQ, RL e RY.

Composição mineralógica (%)									
Amostra	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal	$\sqrt{\chi^2}$
Neossolo Quartzarênico - RQ									
A	4,6(1)	48,3(2)	27,8(3)	6,7(2)	8,4(4)	0,20(2)	1,5(1)	2,4(1)	1,29
AC	1,5(2)	45,4(2)	25,3(3)	9,5(3)	10,9(4)	0,6(1)	1,6(1)	5,3(2)	1,29
CA	1,7(1)	38,3(3)	27,3(3)	13,4(4)	12,9(4)	1,6(2)	2,2(2)	2,7(2)	1,30
C1	0,86(9)	53,5(3)	13,8(2)	11,4(4)	12,8(5)	1,4(2)	2,8(2)	3,5(2)	1,39
C2	1,16(9)	42,8(2)	20,3(3)	12,9(3)	13,6(4)	1,3(2)	3,6(2)	4,3(2)	1,26
Neossolo Litólico – RL									
A	4,5(1)	54,1(2)	8,9(3)	9,8(3)	16,2(4)	1,0(2)	2,2(2)	3,2(2)	1,26
AC	3,2(2)	43,9(2)	13,2(4)	12,7(4)	17,2(4)	2,1(2)	2,2(1)	5,4(2)	1,41
C	8,0(2)	44,1(2)	7,2(3)	14,3(4)	20,1(4)	1,3(2)	1,6(2)	3,5(2)	1,30
Neossolo Flúvico – RY									
A	1,26(7)*	44,5(2)*	18,2(2)*	12,9(3)*	12,0(2)*	1,11(9)*	0,62(8)*	9,3(1)*	1,60
C1	1,84	50,6(2)*	16,9(3)*	13,8(3)*	12,9(3)*	1,0(1)*	0,41(9)*	2,5(2)*	1,71
C2	1,9(1)*	53,9(2)*	19,8(2)*	9,5(3)*	10,1(3)*	1,0(1)*	1,3(1)*	0,3(1)*	1,55
C/R	2,24(1) *	16,2(3)*	-	-	-	-	-	81,52(9)*	1,97

Fonte: O autor

Nota: Os números entre parênteses representam o desvio padrão da média, com arredondamento na última casa significativa. *Resultados do perfil RY apresentados por Yanaguisawa (2019).

A quantificação mineralógica da TFSA (Figura 5.41, e Tabela 5.11) revelou que os principais minerais presentes são quartzo, caulinita, gibbsita, illita, muscovita, rutílio, magnetita

e calcita. Como a análise foi feita apenas em uma amostra de cada horizonte, não foi possível verificar estatisticamente a semelhança entre horizontes por meio do teste de Tukey.

O perfil RQ mostrou maior homogeneidade entre os horizontes, com teor de quartzo variando de 52,0% a 59,4%, sendo o menor valor registrado no horizonte RQ A. A caulinita apresentou concentrações entre 15,3% e 22,9%, com o maior valor também no horizonte RQ A. Este perfil destacou-se pelos maiores teores de gibbsita, variando de 10 a 12,5%, além de uma maior presença dos minerais como rutilio e magnetita em comparação aos outros perfis.

O perfil RL, teve maior variação entre os teores de quartzo e caulinita, variaram de 44,7 a 68,1% e 13,1 a 33,7%, respectivamente. O quartzo apresentou uma diminuição com o aumento da profundidade, enquanto os teores de caulinita aumentam conforme o aumento da profundidade. Este perfil apresentou maiores teores de muscovita em relação ao perfil RQ, variando de 8,4% a 11,3%, enquanto os teores de gibbsita foram menores, variando de 1,7% a 3,2%. Os valores de ilita foram semelhantes aos do perfil RQ, variando de 4,3% a 6,4%.

O perfil RY apresentou comportamento semelhante ao RL nos três primeiros horizontes: o teor de quartzo diminuiu de 71,96% para 40,8%, enquanto a caulinita aumentou de 13,93% para 26,4%. No entanto, o horizonte RY C/R mostrou um comportamento distinto, com um aumento do quartzo, indo para 75,7%, e uma diminuição de caulinita, indo para 12,73%.

Os ajustes apresentaram índices de qualidade dentro dos valores esperados, o índice de qualidade $\sqrt{\chi^2}$, é uma medida utilizada para avaliar a qualidade do ajuste em modelos teóricos. Conforme Antoniassi (2010), valores de GOF próximos de 1 indicam um bom refinamento do modelo, sendo comum encontrar até valores de 5. A maior dificuldade do ajuste foi na região 2 θ de 20° e 26°, referente ao ajuste do mineral quartzo, com $\sqrt{\chi^2}$ variando de 1,37 e 1,89, no refinamento da FTSA, o melhor ajuste aconteceu no perfil RQ, seguido pelo perfil RL, e por último perfil RY.

No refinamento da fração areia (Figura 5.42 e Tabela 5.12), os principais minerais identificados foram quartzo e caulinita. A maior dificuldade no ajuste também ocorreu na região de 2 θ entre 20° e 26°. O teor de quartzo apresentou variações de 92,78% a 97,89%, com exceção do horizonte RY C/R, que registrou um valor menor, de 83,44%. Os índices de qualidade $\sqrt{\chi^2}$ ficaram acima de 2,0 nos três últimos horizontes do perfil RY, indicando menor precisão nos ajustes para todo perfil RY.

No refinamento da fração silte (Figura 5.43 e Tabela 5.13), os principais minerais identificados foram quartzo, caulinita, gibbsita, ilita, muscovita, rutilio e magnetita. No perfil

RQ (Figuras 5.43a a 5.43e), houve dificuldades de ajuste próximo ao 2θ de 12° , região típica para a caulinita, além das dificuldades mencionadas anteriormente para os ajustes próximos a 20° e 26° . Apesar dessas dificuldades, os índices de qualidade $\sqrt{\chi^2}$ variaram entre 1,41 e 1,44 no perfil RQ, demonstrando refinamento adequado. O perfil RL apresentou os menores valores de $\sqrt{\chi^2}$, aproximando-se de 1,0, enquanto os demais perfis alcançaram valores próximo de 2,0, porém, valores ainda adequados para os refinamentos.

O teor de quartzo variou de 52,98% a 93,57%, sendo os menores valores observados nos horizontes RL AC e RL C do perfil RL. Esses horizontes apresentaram os maiores teores de caulinita, com 22,43% e 23,64%, respectivamente. O horizonte RL AC também registrou o maior teor de muscovita, com 15,49%, representando uma diferença considerável em relação aos demais horizontes. Além disso, o horizonte RL A destacou-se com o maior teor de gibbsita, atingindo 10,31%, com diferença considerável em relação aos outros horizontes.

O perfil RQ teve uma maior distribuição entre todos os minerais, enquanto o perfil RY, foi oposto, predominando apenas quartzo e caulinita.

Para os resultados de XRD para a fração argila houve maior dificuldade em identificar os minerais predominantes devido à complexidade dessa fração. No trabalho de Pires *et al.* (2024), foi realizado somente a análise qualitativa, indicando predominância de minerais como quartzo, caulinita, gibbsita, ilita, muscovita, rutilio, magnetita e calcita. No entanto, o RM-XRD permitiu a quantificação destes minerais nas amostras da fração argila (Figura 5.44 e Tabela 5.14). Os minerais quantificados foram os mesmos observados na TFSA: quartzo, caulinita, gibbsita, ilita, muscovita, rutilio, magnetita e calcita. A aplicação do RM-XRD nos três perfis resultou em índices de qualidade $\sqrt{\chi^2}$ que apresentaram valores adequados, variando entre 1,26 e 1,41 para os perfis RQ e RL, para o perfil RY, cujo trabalho de Yanagisawa (2019) realizou somente na fração argila do perfil RY, variou de 1,60 a 1,97.

O mineral predominante na fração argila foi a caulinita, com teores variando de 38,33% no horizonte RQ AC a 65,8% no horizonte RL C. Por outro lado, o teor de quartzo foi baixo, não ultrapassando 5% em nenhum horizonte analisado. De forma geral, teve uma distribuição dos minerais com valores consideráveis. Tendo exceção no horizonte RY C/R, onde foi estimado 81,52% de calcita, que representa o alto teor de Ca no EDXRF (Tabela 5.7).

Analisando as Tabelas 5.11 a 5.14, observa-se que a fração areia apresentou os maiores valores $\sqrt{\chi^2}$, atingindo até 2,37 no horizonte RY C/R. Entre os perfis, o RY destacou-se com os maiores valores, especialmente no horizonte RY C/R, seguido pelo RY A. Porém, de forma

geral, os resultados apresentados foram coerentes, quando comparados com a composição química.

5.4 ANÁLISE MICROSCÓPICA

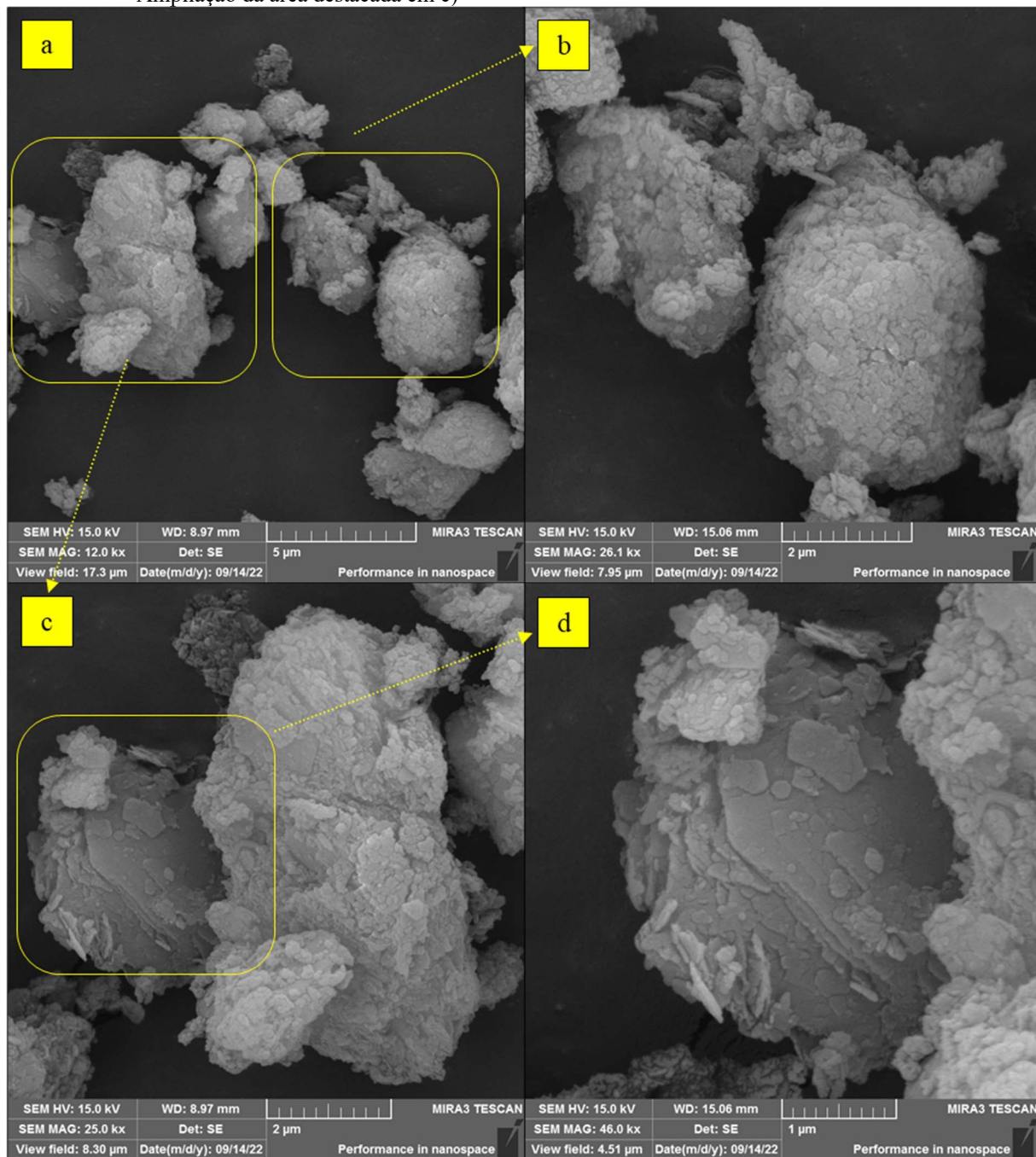
As informações geradas pela análise microscópica complementam as propriedades apresentadas anteriores, como permitindo correlacionar a morfologia das partículas com os processos de intemperismo, transporte e deposição ao longo da topossequência e dentro do próprio perfil entre os horizontes.

A análise microscópica foi realizada com o objetivo de caracterizar a micromorfologia das partículas da fração argila dos RQ, RL e RY, proporcionando uma descrição detalhada das partículas. As imagens obtidas por SEM-FEG permitem a visualização direta das partículas, tal como a forma das partículas e os respectivos tamanhos, além disso, determinar a composição química em regiões específicas do material fornecendo informações como a presença de minerais específicos.

A análise microscópica realizada nesta tese refere-se somente a fração argila e dos perfis RQ e RL, uma vez que no trabalho de Yanagisawa (2019) foram feitas as análises da fração argila de RY. Além disso, o trabalho de Yanagisawa (2019) utilizou também a técnica AFM, onde obteve-se informações sobre micromorfologia, larguras e altura das partículas que são utilizados para realizar a comparação entre os resultados. As Figuras 5.45 a 5.52 apresentam as micrografias e a composição química realizada por mapeamento da amostra.

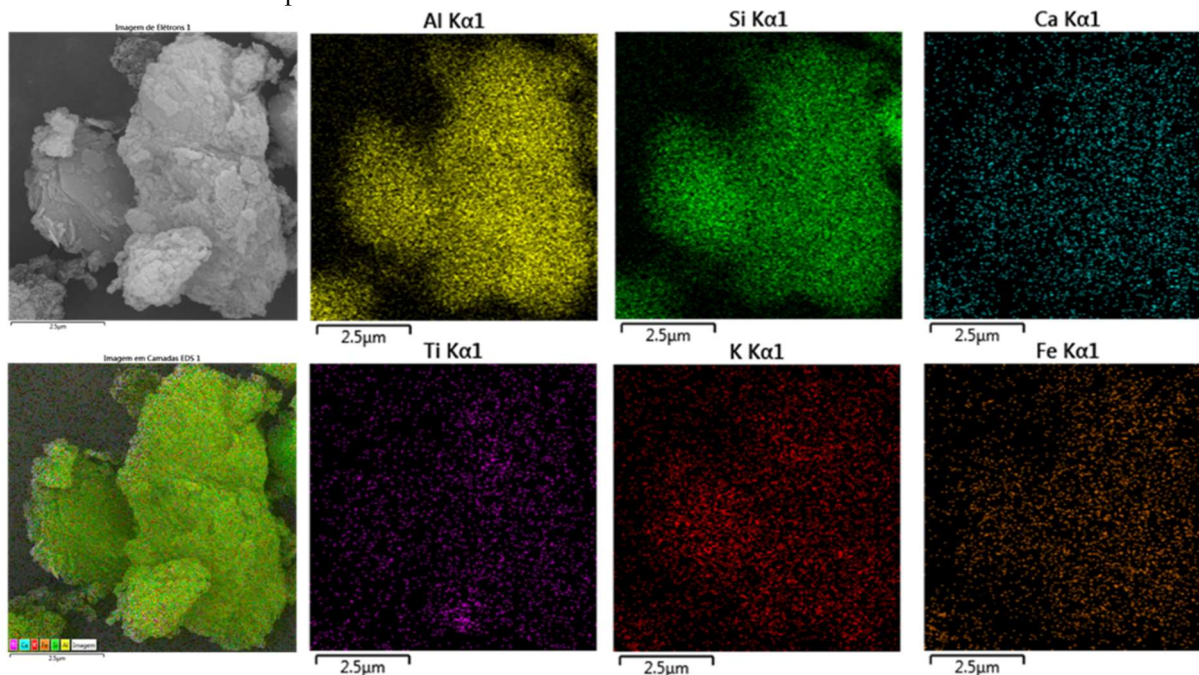
A Figura 5.45 apresenta micrografias obtidas por SEM-FEG da fração argila do horizonte RQ A, com vistas progressivamente ampliadas que permitem uma análise detalhada da morfologia das partículas. Na micrografia geral (Figura 5.45a), observa-se a distribuição de agregado de partículas, que possui tamanhos de aproximadamente 5 μm . Essa mesma amostra, indicou no mínimo 74% do material estar abaixo de 0,5 μm em diâmetro de partículas, pelo DLS (Tabela 5.2 e 5.3) e tamanho médio das partículas de pelo menos 0,3 μm . O tamanho de 5 μm é resultado do aglomerado destes materiais (Prandel, 2015). A ampliação, na Figura 5.45c, placas maiores são observadas, e na Figura 5.46 que apresenta a composição química principalmente de Al e Si, indicando ser possível minerais como caulinita, illita ou muscovita, como observado nos resultados anteriores, como no FTIR e RM-XRD.

Figura 5.45 – Micrografia da fração argila do horizonte RQ A obtida por SEM-FEG: a) Vista geral da região principal; b) Ampliação da área destacada em a); c) Ampliação da área destacada em a); d) Ampliação da área destacada em c)



Fonte: O autor

Figura 5.46 – Composição química da fração argila do horizonte RQ A, obtida na região destacada na Figura 5.45c, determinada por SEM-FEG



Fonte: O autor

As ampliações em b, c, e d destacam características morfológicas mais específicas. Em b, são evidenciados aglomerados de partículas que podem estar associados a minerais argilosos, como caulinita ou ilita (Schadosin *et al.*, 2023). Esses aglomerados sugerem uma estrutura tipicamente lamelar, comum em minerais secundários de argila, formada durante o intemperismo químico de minerais primários.

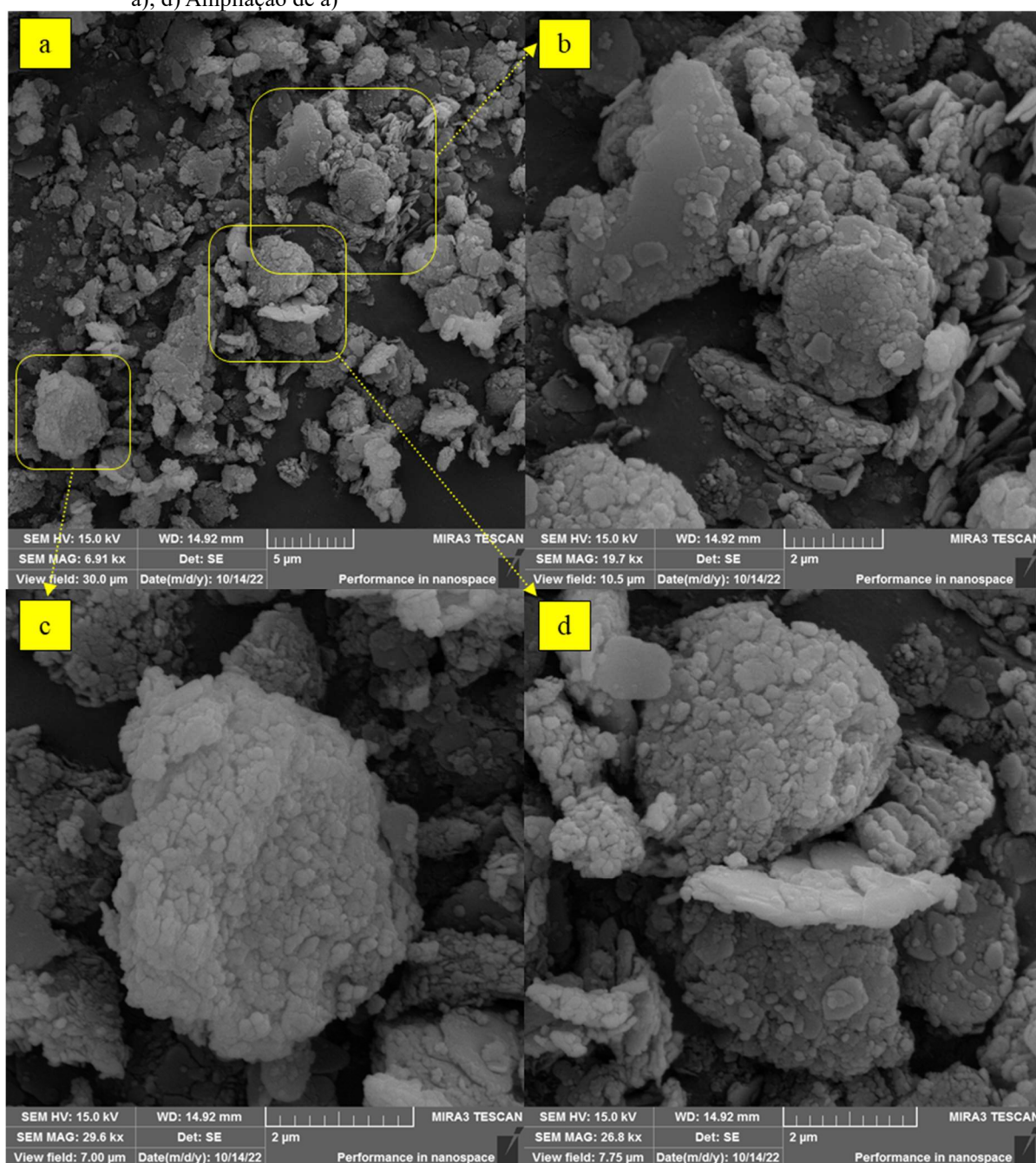
Na ampliação de 5.45c, as partículas apresentam formatos hexagonais e bordas irregulares, o que pode ser indicativo de processos intensos de intemperismo e desgaste físico. Esse tipo de morfologia é consistente com solos que sofreram erosão e transporte ao longo da topossequência. Na micrografia 5.45d, observa-se um nível maior de detalhe, onde aparecem microfissuras ou pequenas irregularidades na superfície das partículas. Essas características podem ser atribuídas à ação de processos físico-químicos no ambiente do solo, como a expansão e contração devido à presença de água ou interação com compostos orgânicos (Velde, 1992).

A Figura 5.46 apresenta a composição química da Figura 5.45c da fração argila do horizonte RQ A, com distribuição de Si, Al e K em toda região, indicando minerais como caulinita, ilita, muscovita e gibbsita. Além desses elementos, são indicados a distribuição de elementos como Ca, Ti e Fe, que indicam a presença de calcita, rutílio e magnetita, além do flocculante CaCl_2 .

Na Figura 5.47 são apresentadas as micrografias da amostra da fração argila do horizonte RQ AC e a Figura 5.48 apresenta a composição química da amostra ampliada da

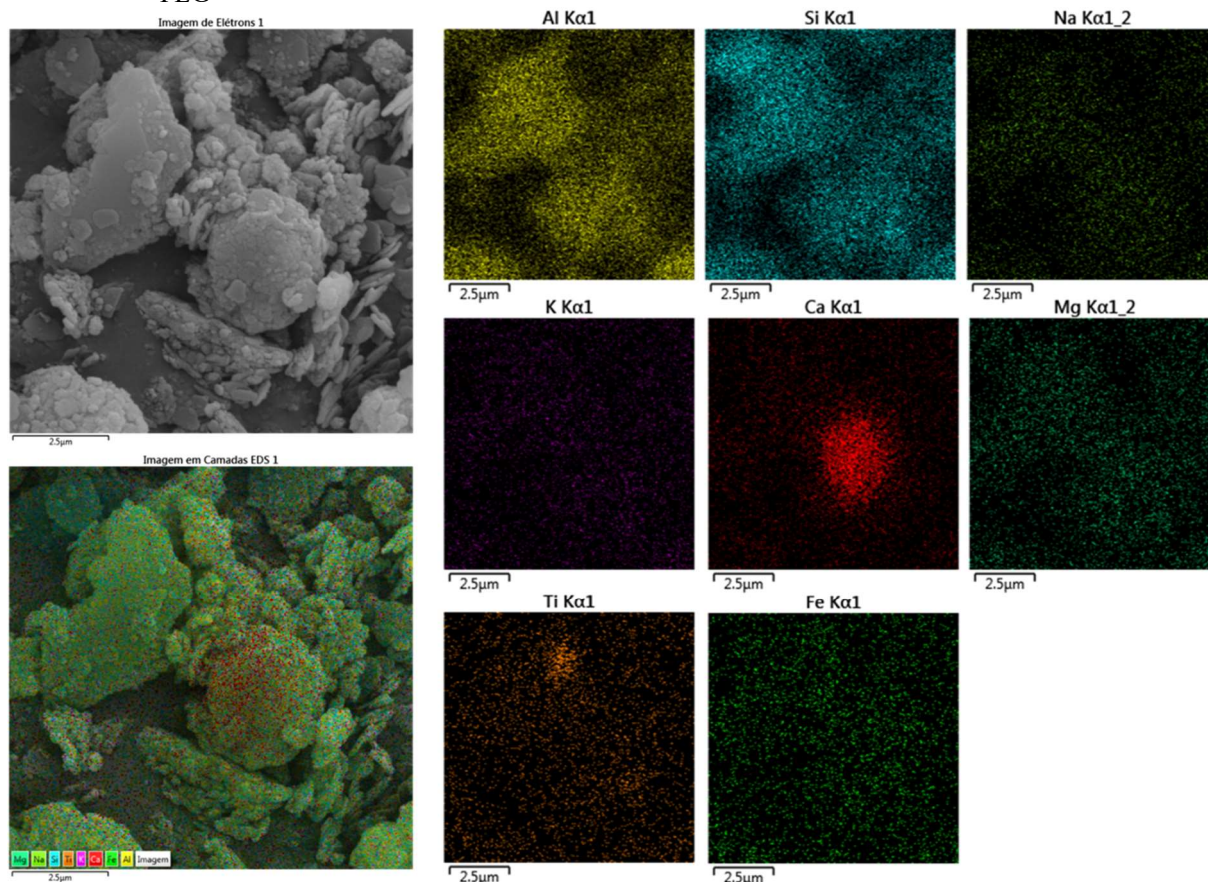
Figura 5.47b. Nestas imagens (Figura 5.47) são verificadas formas de placas mais definidas, e estas contêm Al e Si (Figura 5.48), sendo provavelmente caulinita, illita, muscovita ou gibbsita, ou seja, o mesmo indicativo de minerais do horizonte RQ A. Este resultado corrobora com a presença do mineral caulinita, uma vez que os teores de caulinita em todos as frações que foram estimados pelo RM-XRD, são superiores aos demais minerais. Nesta amostra, observa-se também uma concentração de Ca, sendo de provável mineral calcita ou material proveniente do floculante CaCl_2 concentrado na região.

Figura 5.47 – Micrografia da fração argila do RQ AC: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de a)



Fonte: O autor

Figura 5.48 – Composição química da fração argila do RQ AC da região da Figura 5.46b determinada por SEM-FEG



Fonte: O autor

No trabalho de Yanaguisawa (2019), que analisou a fração argila do perfil RY, concluiu-se que o mineral mais provável era a caulinita, pelo elevado teor de caulinita nas amostras, determinado por meio do RX-XRD e pela composição química determinada no SEM-FEG pontualmente. Foi utilizado a relação Si/Al (Tabela 5.15), conforme a composição química dos minerais que indicaram Si/Al próximo de 1, podendo ser caulinita ou muscovita, porém devido ao formato e a porcentagem, foi indicado como caulinita. Nestas amostras a caulinita variaram 44,6% a 65,8%, enquanto muscovita, de 7 a 12,9%.

Tabela 5.15 – Relação Si/Al dos minerais

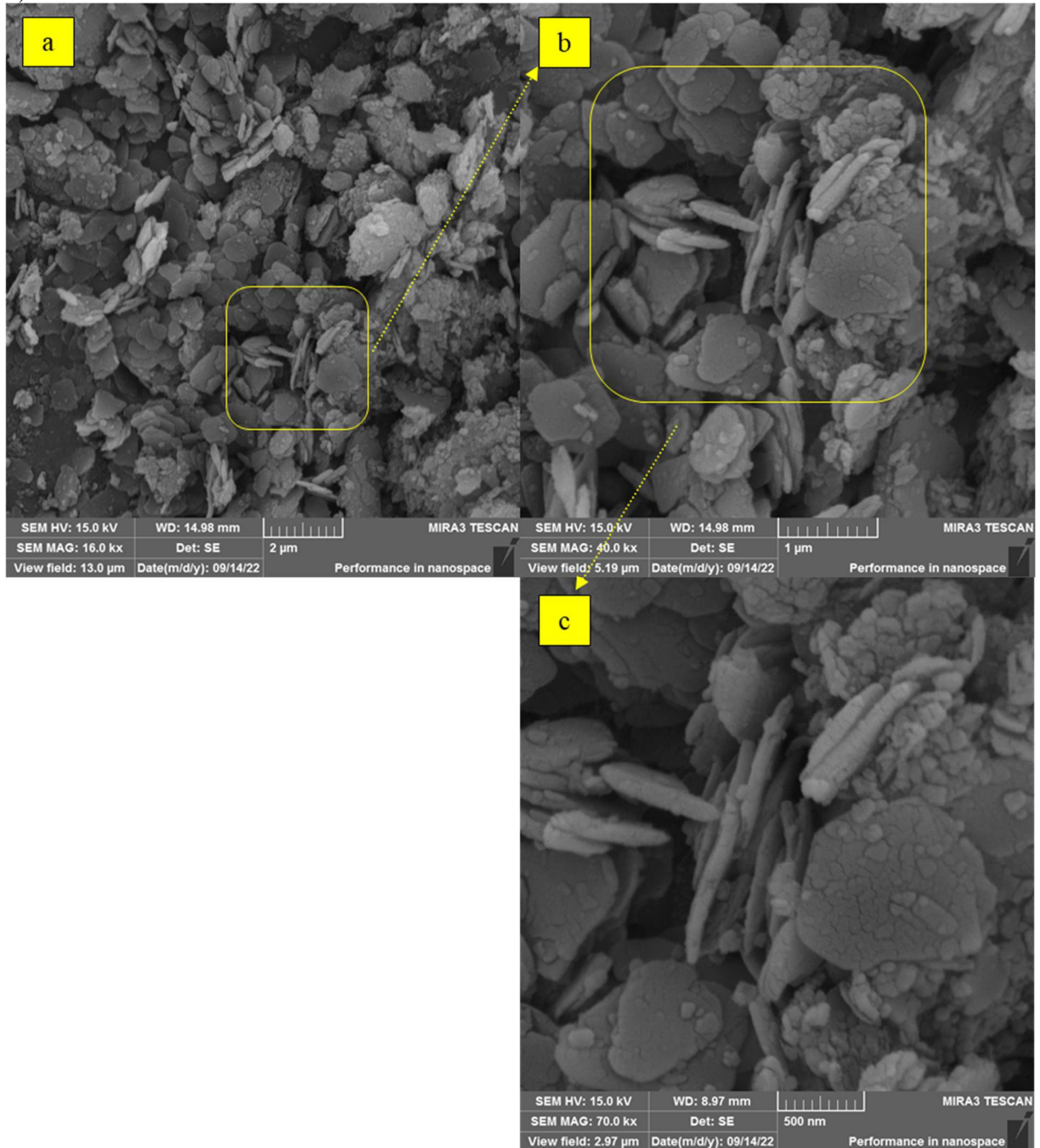
	Si (%)	Al (%)	O (%)	Si/Al
Caulinita	20,90%	21,76%	55,78%	1,04
Ilita	9,01	25,25%	55,06%	2,80
Gibbsita	0%	34,59%	61,53%	0
Muscovita	20,03%	21,13%	47,35%	0,96

Fonte: O autor

A micrografia da fração argila do horizonte RQ CA, apresentada na Figura 5.49, mostra diversas partículas em forma placas, e com a composição química, apresentada na

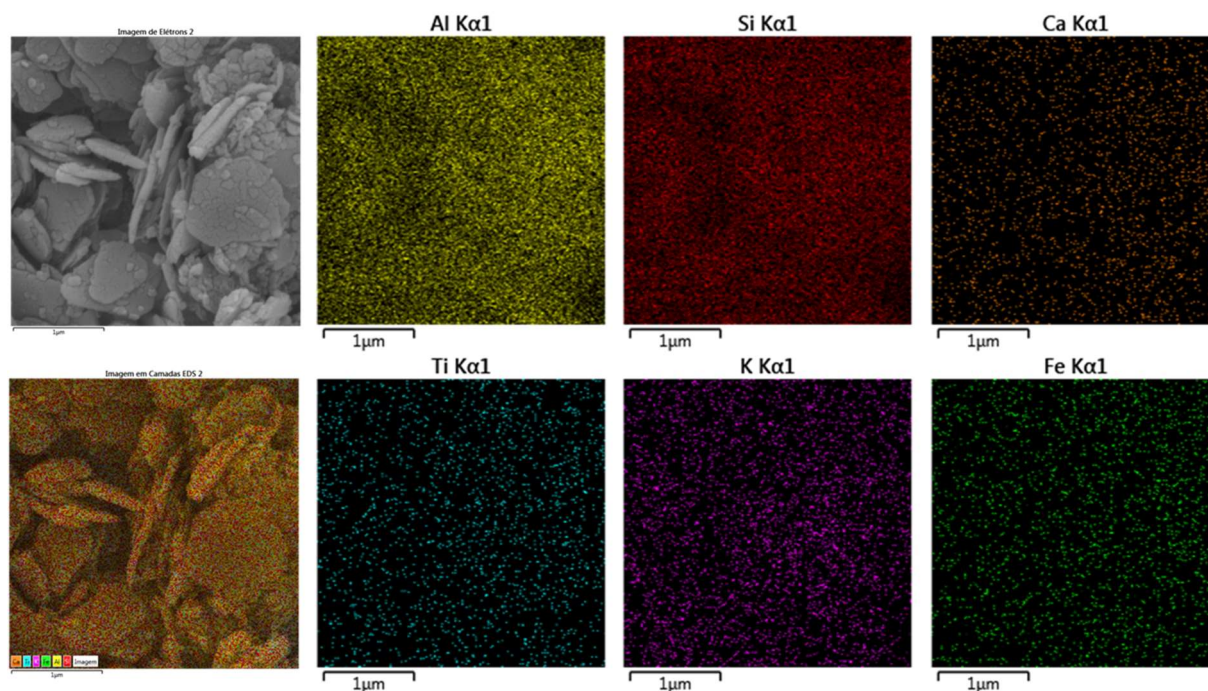
Figura 5.50, tem-se a indicação dos mesmos minerais, caulinita, ilita e muscovita. A Figura 5.49c apresenta minerais em formas de placas mais definidas em relação às micrografias anteriores, semelhantes encontrado no trabalho de (Schadosin *et al.*, 2023) indicando que são ilita e no trabalho de Prandel (2015) indicando que são caulinitas.

Figura 5.49 – Micrografia da fração argila do RQ CA: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de b)



Fonte: O autor

Figura 5.50 – Composição química da fração argila do RQ CA da região da Figura 5.48c determinada por SEM-FEG

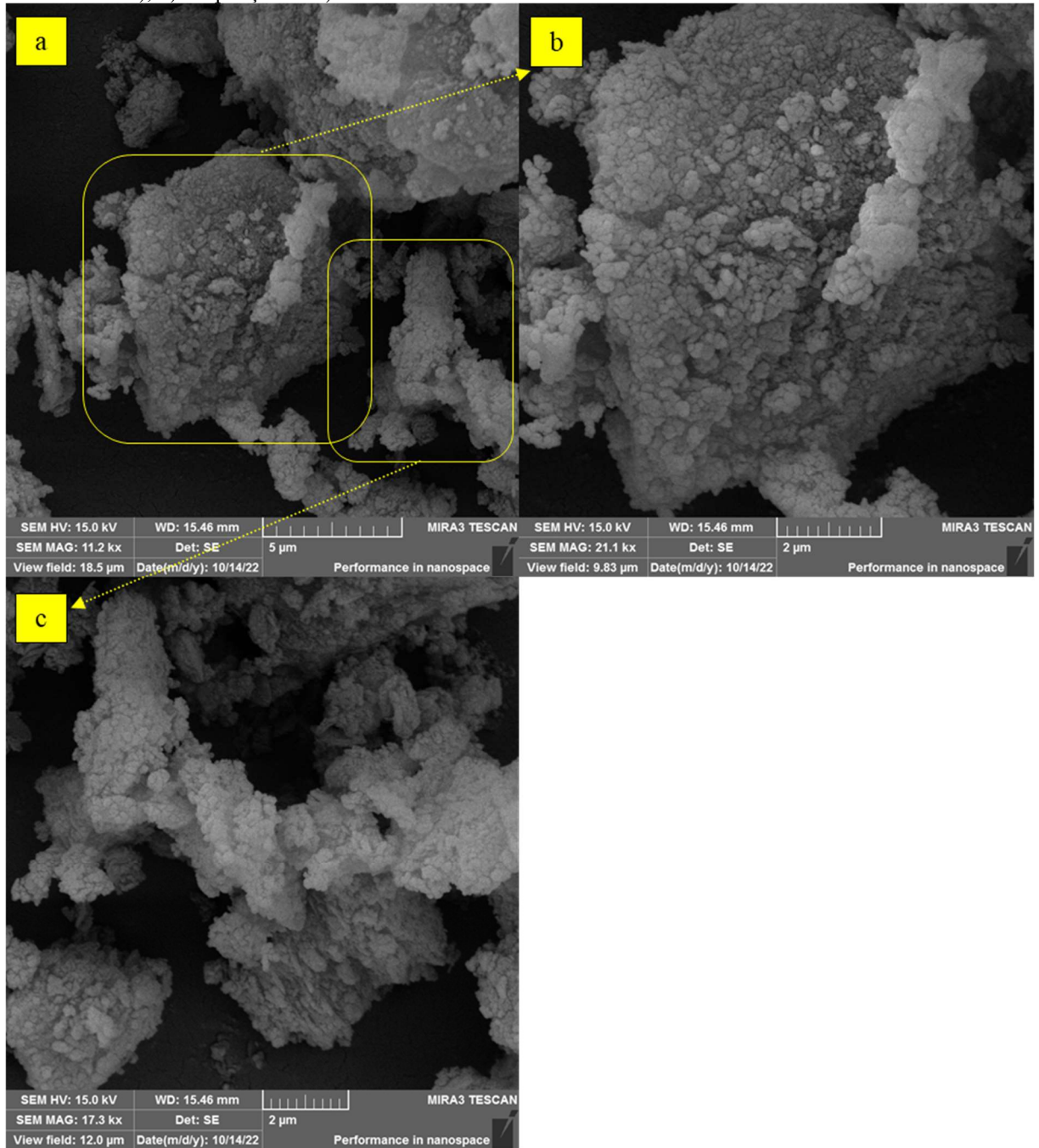


Fonte: O autor

A morfologia apresentada é similar aos encontrados no horizonte RY C2, com forma mais definidas, isso pode reforçar a semelhança que o horizonte RY C2 tem com o perfil RQ. São partículas que variam nos tamanhos entre 10 nm e 2 μm , como relatados nos estudos da fração argila do solo, onde foi utilizado técnicas DLS e de microscopias (Hu *et al.*, 2022; Izdebska-Mucha; Trzciński, 2021; Sadri *et al.*, 2023; Schadosin *et al.*, 2023).

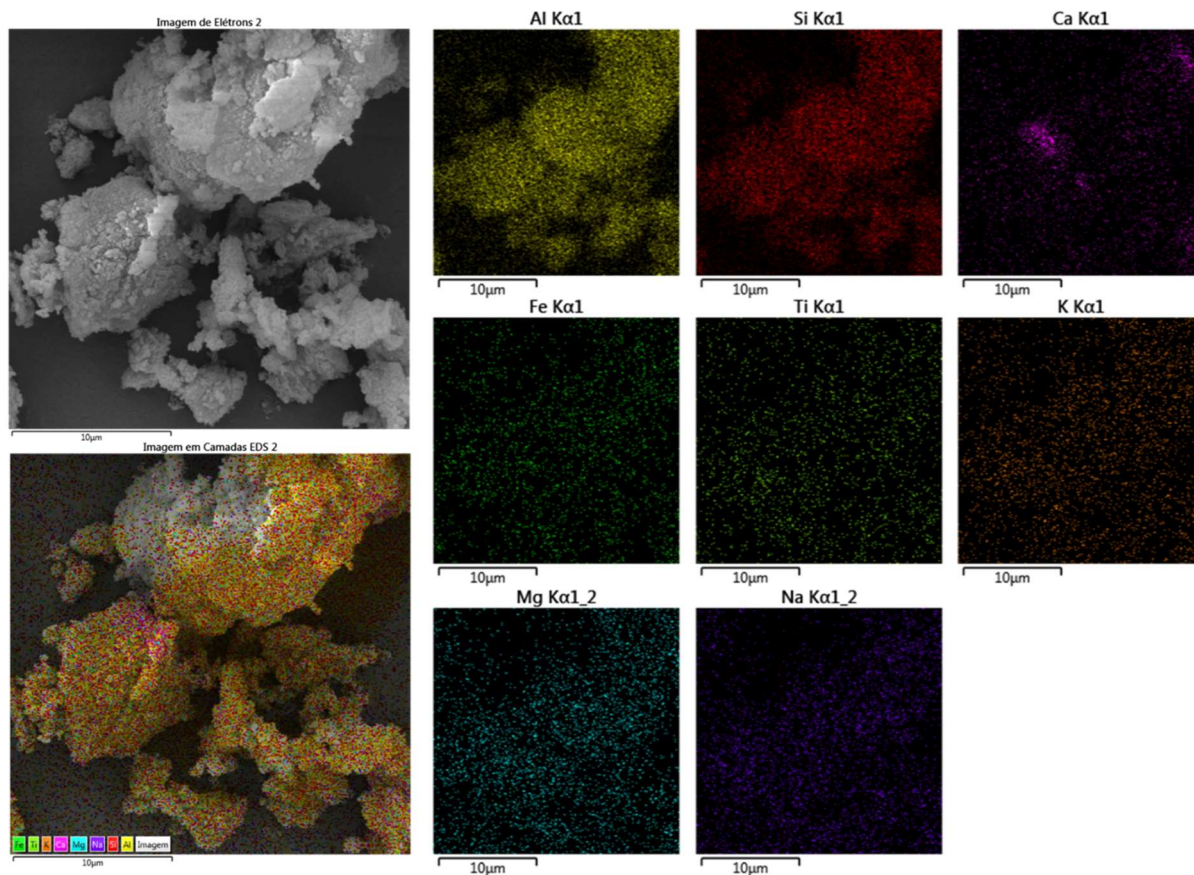
A micrografia da fração argila do horizonte RQ C1, Figura 5.51, e a composição química, Figura 5.52, não apresentou as placas semelhantes as amostras anteriores. Porém, na imagem (Figura 5.51) observam-se formas que podem ser referentes ao mineral gibbsita, uma vez que há distribuição de Al em toda região (Figura 5.52). Isto corrobora com e os teores de gibbsita elevados, quando foram determinados pelo RM-XRD, com os tamanhos de partículas em torno de 0,3 μm determinado pela DLS. Além disso, e com os índices de intemperismo que indicaram solos mais intemperizados, devido a presença das partículas menores. O mineral gibbsita também é comum em solos altamente intemperizados, conforme Velde (VELDE, 1992), porém, aqui é realizado uma comparação apenas com os resultados do perfil RY, que apresentam partículas maiores.

Figura 5.51 – Micrografia da fração argila do RQ C1: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de b)



Fonte: O autor

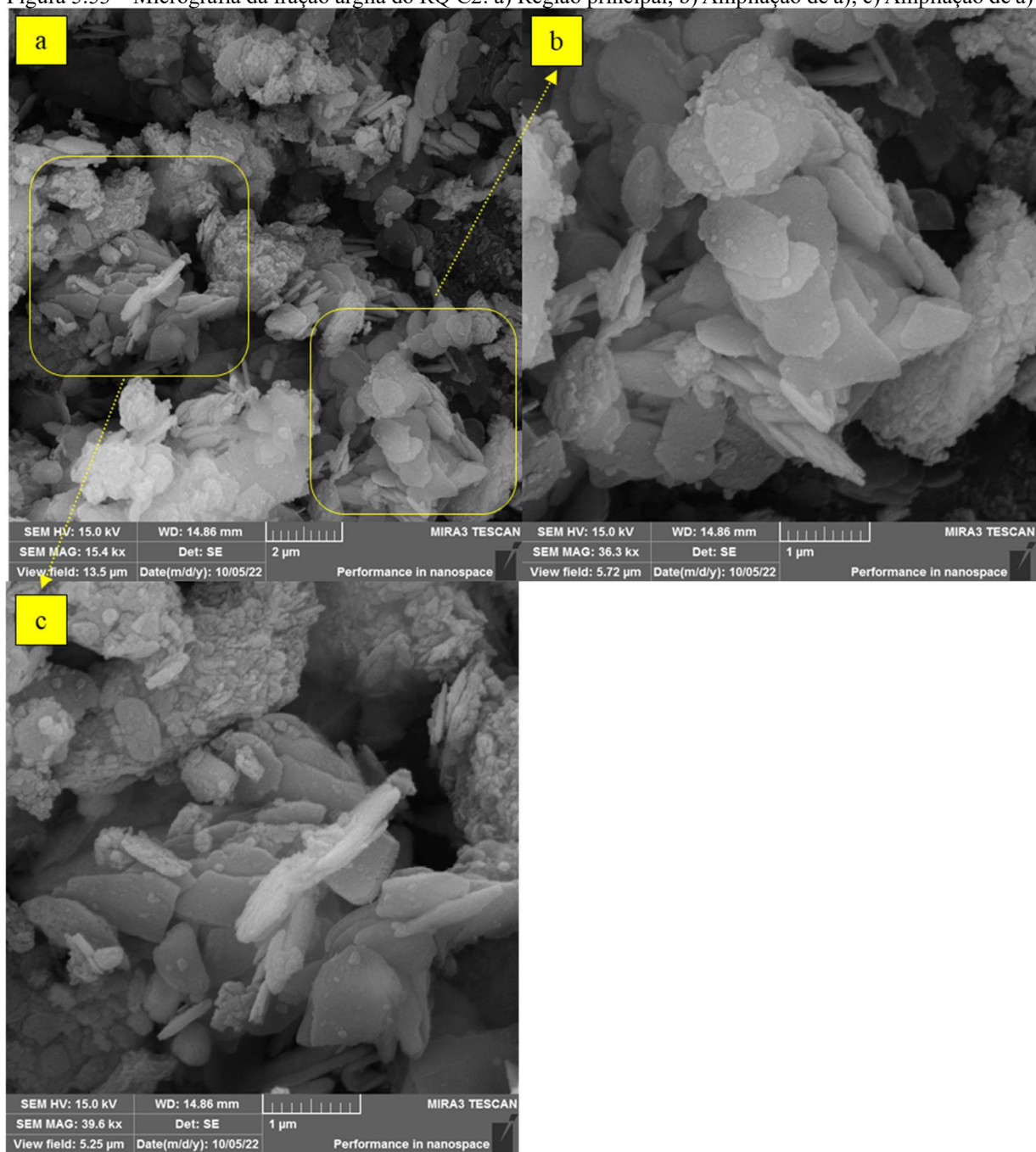
Figura 5.52 – Composição química da fração argila do RQ C1 da região da Figura 5.50a determinada por SEM-FEG



Fonte: O autor

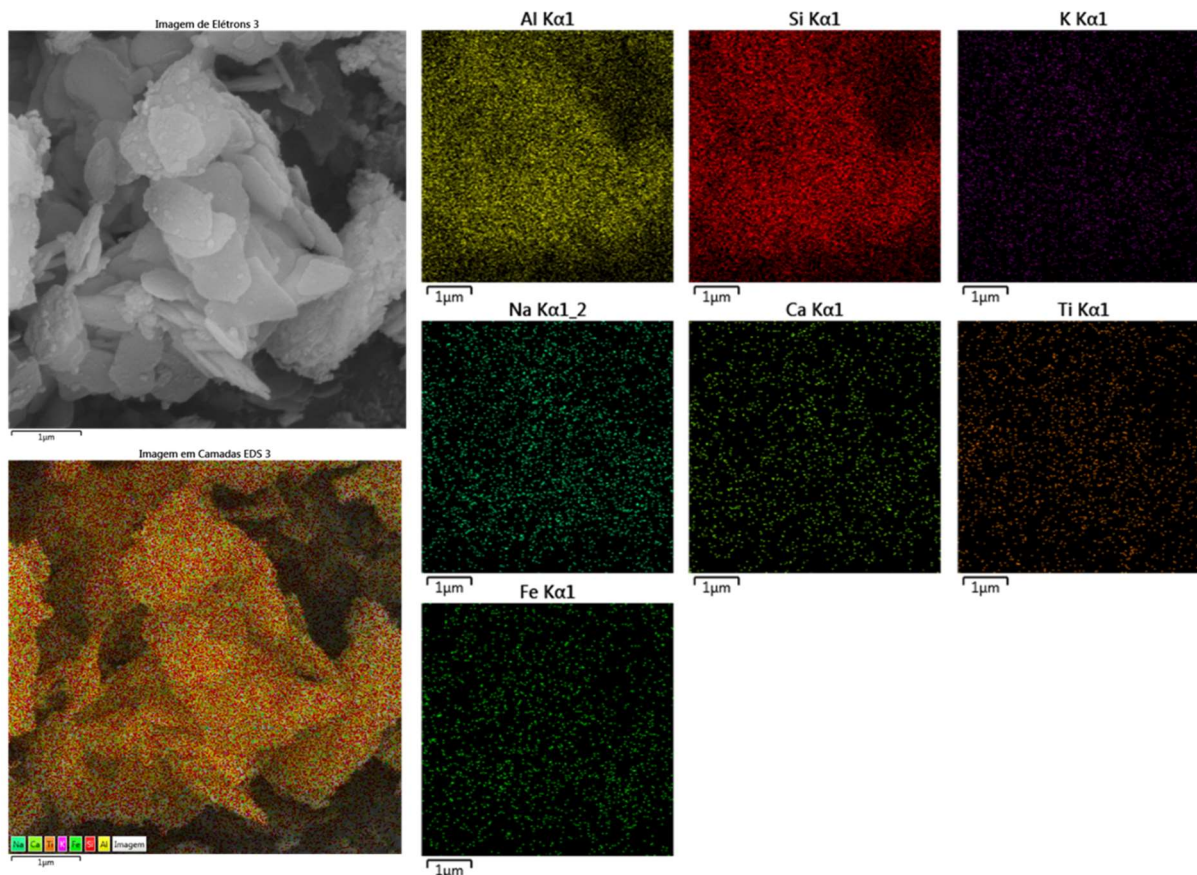
A micrografia da fração argila do horizonte RQ C2, Figura 5.53, e composição química Figura 5.54, apresentam diversas partículas em formas de placas, indicando os mesmos minerais como caulinita, ilita e muscovita. As micrografias do horizonte RQ C2 foram bastante parecidos ao do horizonte AC.

Figura 5.53 – Micrografia da fração argila do RQ C2: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a)



Fonte: O autor

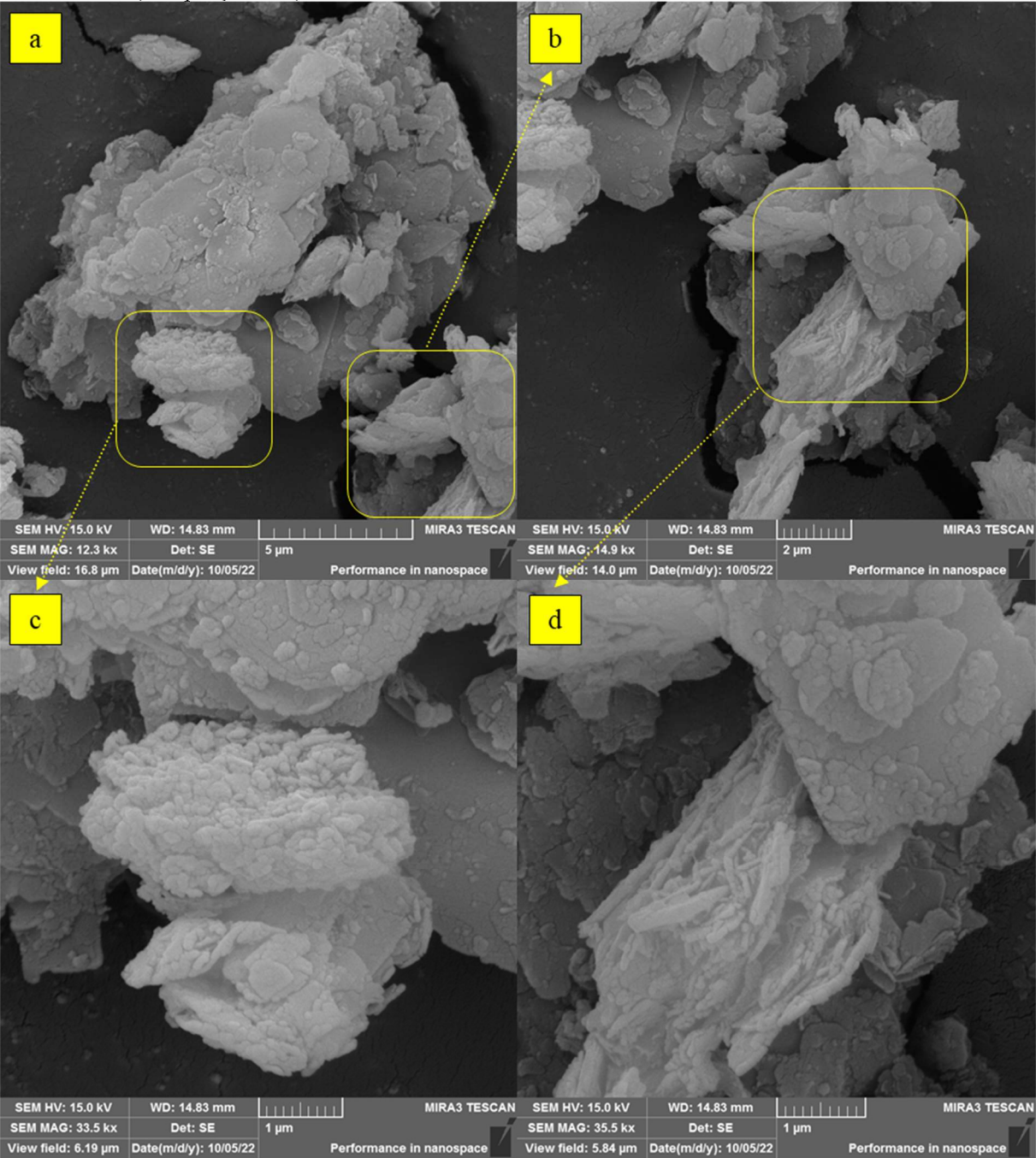
Figura 5.54 – Composição química da fração argila do RQ C2 da região da Figura 5.52b determinada por SEM-FEG



Fonte: O autor

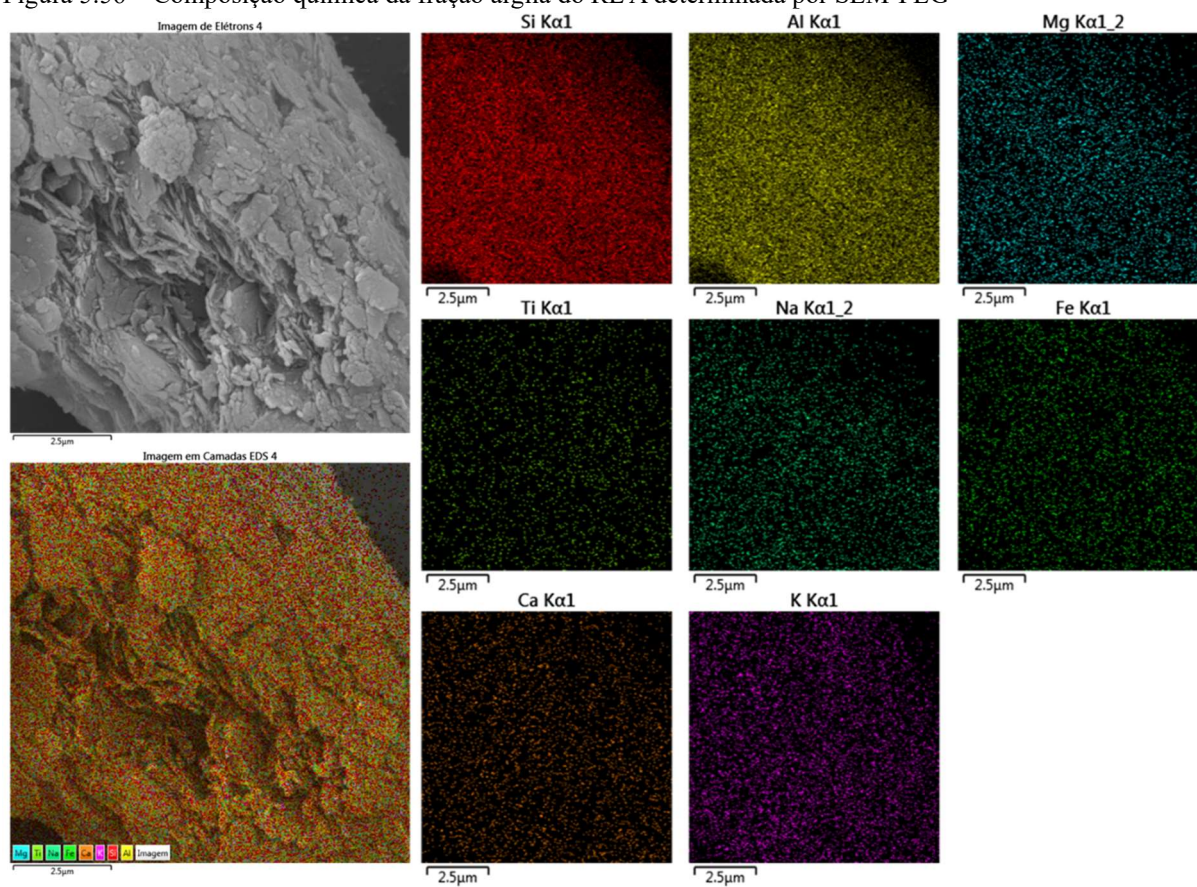
A micrografia da fração argila dos horizontes RL A, RL AC e RL C, Figura 5.55, Figura 5.57 e Figura 5.59, e composição química, Figura 5.56, Figura 5.58 e Figura 5.60, apresentam diversas partículas em placas e a composição química indicam os mesmos minerais, como caulinita, illita e muscovita. Observando o tamanho das partículas, verifica-se que são consideravelmente maiores em relação às micrografias da fração argila do perfil RQ A. O tamanho de partículas maiores em relação ao anteriores indica que este perfil é menos intemperizado. Os resultados dos índices de intemperismos K_i e K_r estimados, o teor de gibbsita determinado pelo RM-XRD, tamanho médio de partículas pela DLS corroboram com estas informações.

Figura 5.55 – Micrografia da fração argila do RL A: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de b)



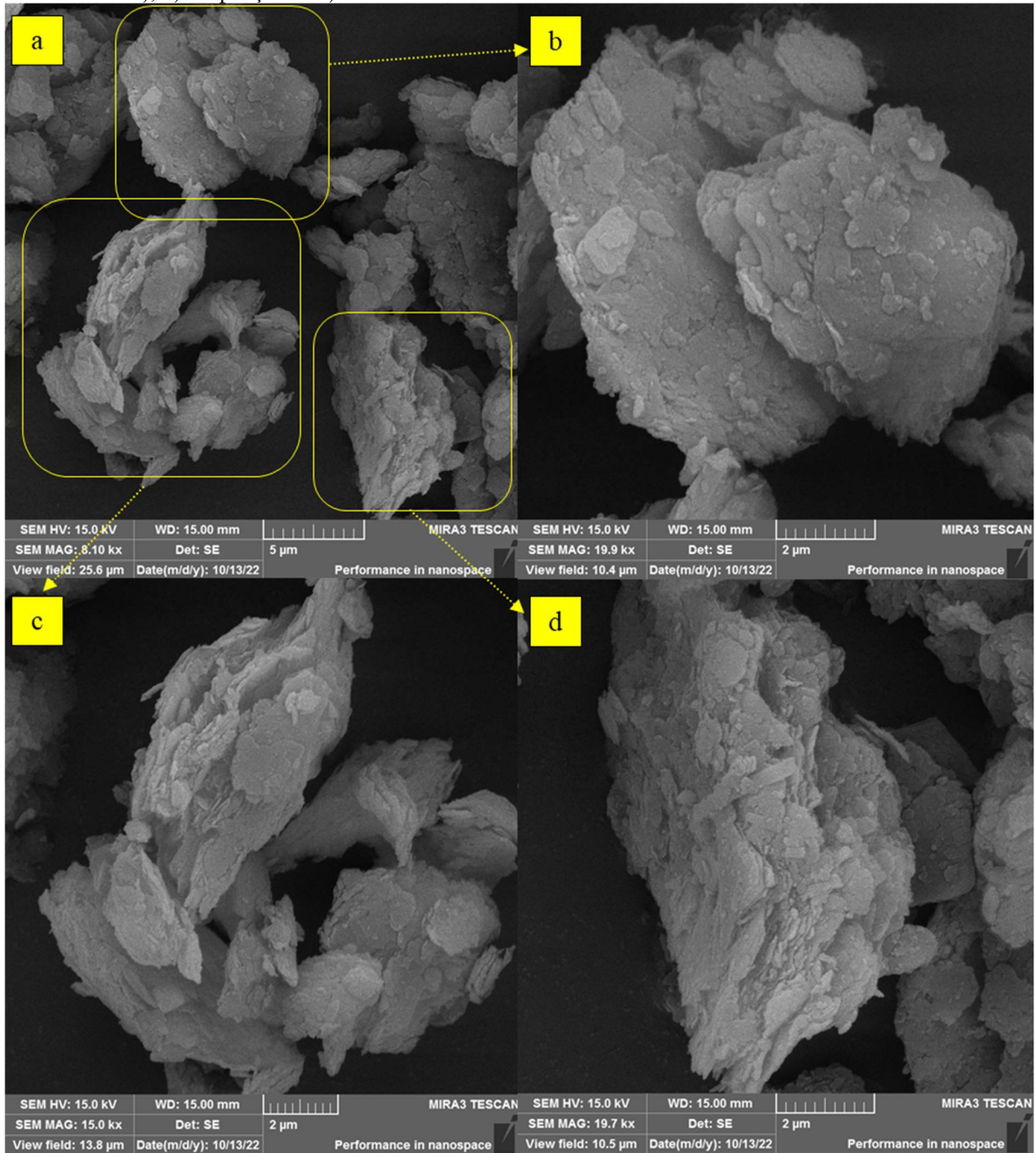
Fonte: O autor

Figura 5.56 – Composição química da fração argila do RL A determinada por SEM-FEG



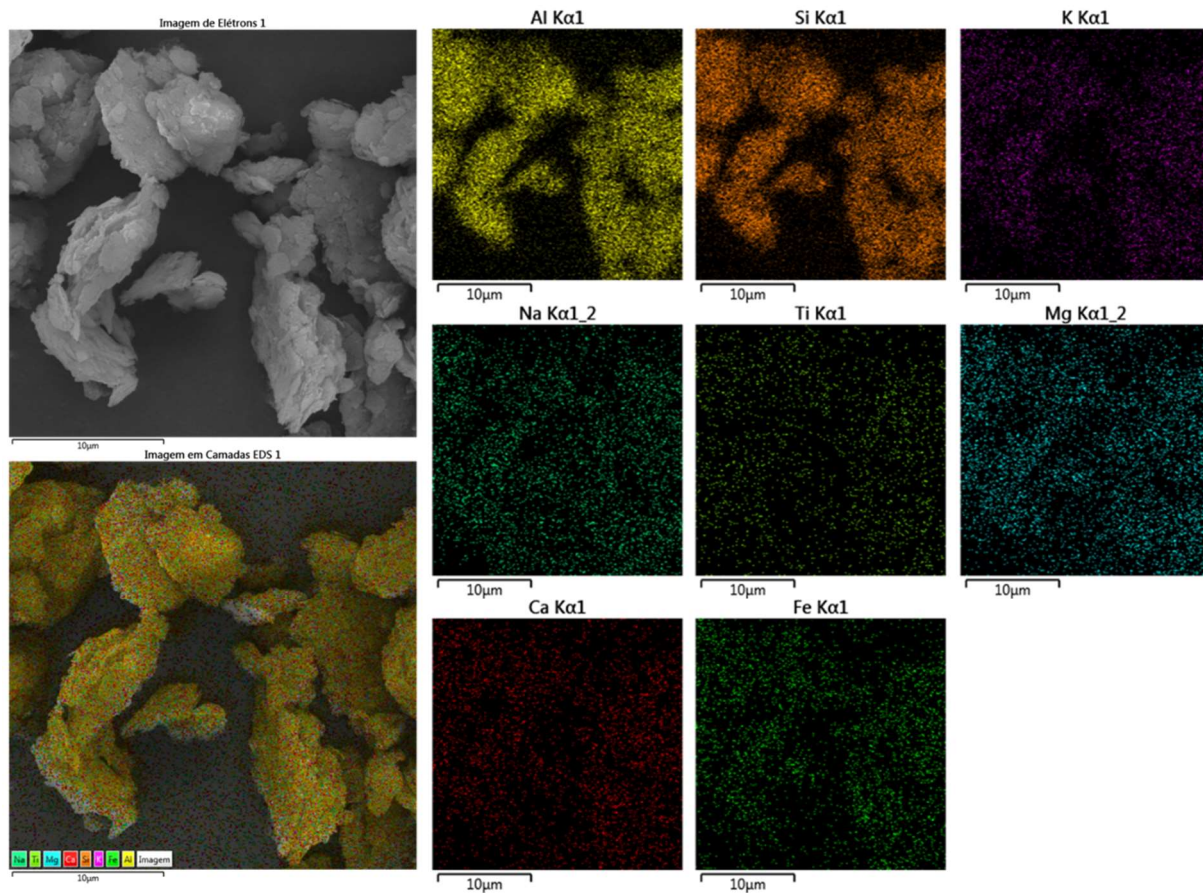
Fonte: O autor

Figura 5.57 – Micrografia da fração argila do RL AC: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de a); d) Ampliação de a)



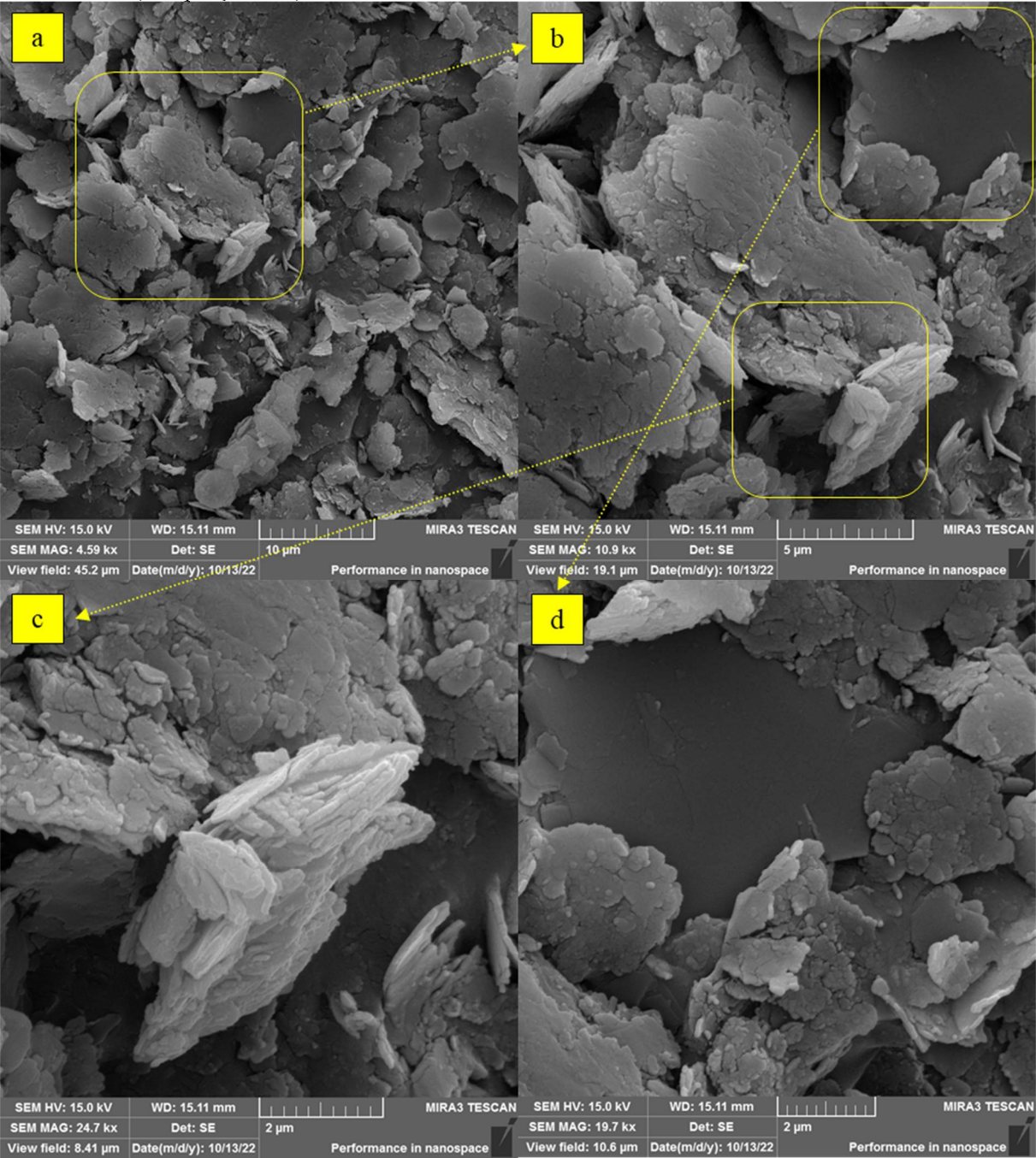
Fonte: O autor

Figura 5.58 – Composição química da fração argila do RL AC da região da Figura 5.56c determinada por SEM-FEG



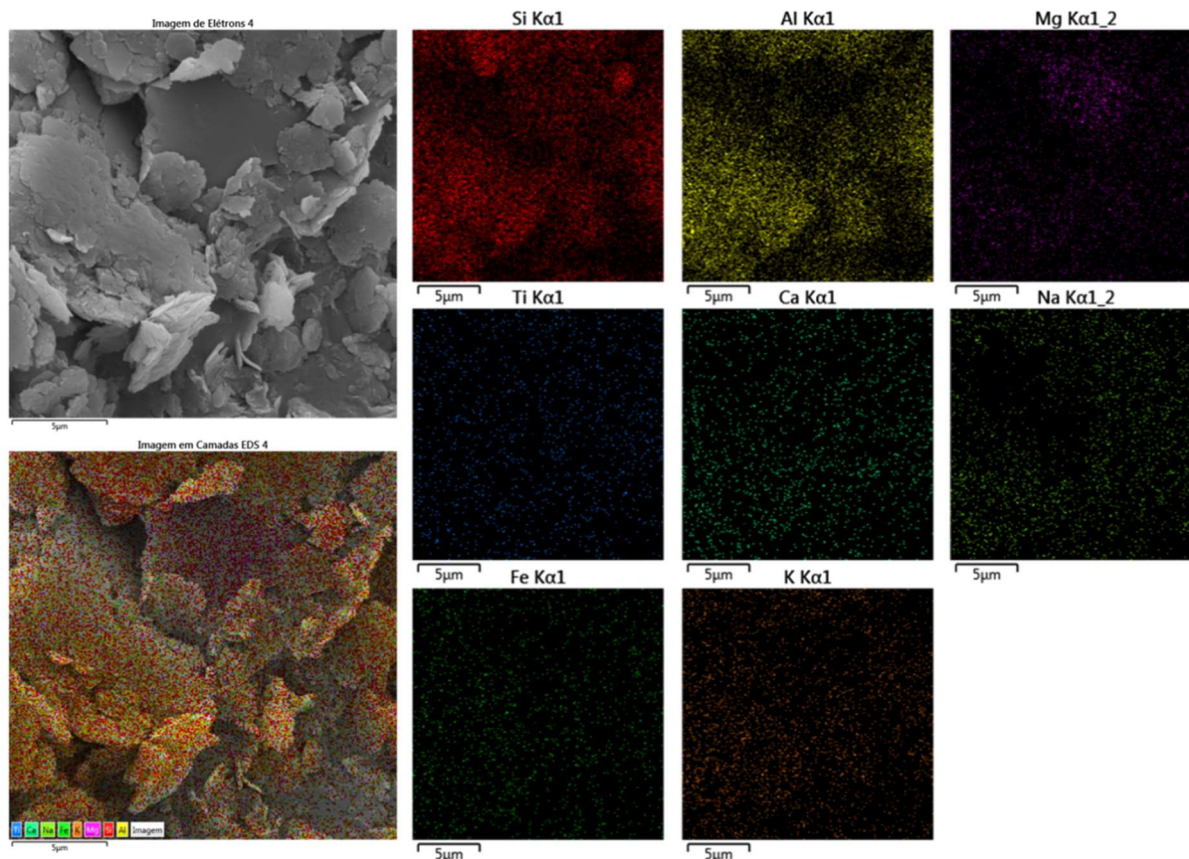
Fonte: O autor

Figura 5.59 – Micrografia da fração argila do RL C: a) Região principal; b) Ampliação de a); c) Ampliação de b); d) Ampliação de b)



Fonte: O autor

Figura 5.60 – Composição química da fração argila do RL C da região da Figura 5.58d determinada por SEM-FEG



Fonte: O autor

No trabalho de Yanaguisawa (2019), a composição química foi determinada também de forma pontual a partir de algumas micrografias apresentadas de amostras da fração argila.

A Tabela 5.16 apresenta o resultado da composição química das micrografias anteriores, realizada por mapeamento. Portanto, pela razão da composição química encontrada, apresentado na Tabela 5.15, Si/Al variando entre 0,9 e 1,19, indica-se o mineral caulinita, corroborando com os formatos encontrados, sendo predominante, com teor médio de 50% no perfil RQ.

Tabela 5.16 – Composição química determinada pelo SEM-FEG da fração argila das respectivas micrografias

Composição química (%)							
Amostra	Si	Al	Fe	K	Ti	S	Si/Al
Neossolo Quartzarênico – RQ							
A	44,5(3)	42,0(3)	7,7(4)	3,0(2)	1,0(2)		1,06
AC	40,8(4)	37,2(4)	6,5(6)	2,5(2)	2,2(3)		1,10
CA	46,2(4)	42,6(4)	6,1(5)	3,3(2)	1,0(3)		1,08
C1	40,0(5)	44,4(5)	7,3(7)	2,0(3)	1,3(4)		0,90
C2	47,5(4)	39,8(4)	5,7(4)	3,7(2)	1,9(3)		1,19
Neossolo Litólico – RL							
A	46,8(3)	36,2(3)	8,0(4)	5,5(2)			1,29
AC	46,5(4)	35,8(3)	9,2(5)	5,4(2)			1,30
C	50,3(7)	30,6(5)	7,8(9)	6,4(4)			1,64

Fonte: O autor

5.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

5.5.1 Teste de Tukey

A Tabela 5.17 apresenta um resumo do teste de Tukey aplicado aos resultados, com exceção da classificação textural. A tabela indica as propriedades que apresentam semelhanças estatísticas entre os horizontes superficiais das topossequências (HS) e que apresentam semelhanças estatísticas entre os horizontes de maior profundidade (HP).

Tabela 5.17 – Relação entre os horizontes superficiais HS e os horizontes de maior profundidade HP

	HS			HP		
	RQ	RL	RY	RQ	RL	RY
Densidade de partículas	x	x	x	x	x	x
Areia: 2 a 1 mm	x	x	x	x	x	
Areia: 1 a 0,25 mm	x* x**	x*	x**			
Areia: 0,25-0,053 mm	x	x				
Areia total: 2-0,053 mm		x	x	x	x	
Silte: 0,053-0,002 mm	x		x			
Argila: < 0,002 mm	x		x			
Classificação textural		x	x	x	x	
DLS 10 mg/100 mL		x	x			
DLS 50 mg/100 mL						
Ki	x	x	x	x	x	
Kr	x	x	x	x	x	
Si (TFSA)				x	x	
Al (TFSA)				x	x	
Fe (TFSA)				x	x	
K (TFSA)						
Ti (TFSA)						
S (TFSA)	x	x		x	x	
Si (areia)	x	x			x	x
Al (areia)	x	x		x		x
Fe (areia)	x	x				
K (areia)						
Ti (areia)						
S (areia)	x	x	x	x	x	
Si (silte)	x	x				
Al (silte)	x	x				
Fe (silte)	x	x				
K (silte)	x*	x* x**	x**	x		x
Ti (silte)	x	x			x	x
S (silte)	x	x		x	x	
Si (argila)						
Al (argila)						
Fe (argila)	x	x				
K (argila)						
Ti (argila)	x		x		x	x
S (argila)	x	x		x	x	x
Ca (argila)						

Fonte: O autor

Nota: A indicação do asterisco indica que são apenas semelhantes entre si, a indicação de * difere do horizonte com indicação de **.

No total, 37 propriedades foram avaliadas por meio do teste de Tukey. A análise revelou que, nos horizontes superficiais (HS), apenas 5 propriedades apresentaram semelhanças estatísticas nos três perfis: densidade de partículas, fração areia no intervalo de 2 a 1 mm, os índices de intemperismo K_i e K_r , e o teor de S na fração areia, enquanto 19 propriedades foram semelhantes entre os perfis RQ e RL: densidade de partículas, areia fracionada nos três intervalos, os índices de intemperismo K_i e K_r , teor de S na TFSA, teor de Si, Al, Fe e S na fração areia, todos os elementos na fração silte, e teores de Fe e S na fração argila, e entre os perfis RQ e RY, 8 propriedades: densidade de partículas, fração areia no intervalo de 2-1 mm, teor de silte e argila, os índices de intemperismo K_i e K_r , e teor de S na fração areia e o teor de Ti na fração argila, entre os últimos perfis vizinhos RL e RY, 9 propriedades: densidade de partículas, fração areia no intervalo de 2-1 mm, fração areia no intervalo de 0,25-0,053 mm, teor de areia total, classificação textural, tamanho médio das partículas na fração argila na concentração de 10 mg/100 mL, índices de intemperismo K_i e K_r , teor de S na fração areia e teor de K na fração silte.

No horizonte de maior profundidade (HP), 2 propriedades mostraram semelhanças estatísticas nos três perfis: densidade de partículas e teor de S na fração argila; enquanto 13 propriedades foram semelhantes entre os perfis RQ e RL: densidade de partículas, classificação textural, teor de areia no intervalo de 2 a 1 mm, teor total de areia, classificação textural, índices de intemperismo K_i e K_r , teores de Si, Al, Fe, K e S na TFSA e teores S nas três frações; entre os perfis RQ e RY, 4 propriedades: densidade de partículas, teor de Al na fração areia, teor de K na fração silte e teor de S na fração argila; e 5 propriedades entre os perfis RL e RY: densidade de partículas, teor de Si na TFSA, teor de Ti na fração silte e teor de Ti e S na fração argila.

A análise mostra que os solos vizinhos possuem maior número de semelhanças estatísticas em relação às propriedades avaliadas, tanto no horizonte superficial quanto no horizonte de maior profundidade, em comparação com solos mais distantes. Ou seja, entre os perfis RQ e RL, há mais semelhanças do que entre RQ e RY, e há mais semelhança entre RL e RY, do que RQ e RY. Portanto, a proximidade dos perfis reflete na influência de fatores pedogenéticos regionais, como material de origem e processos de intemperismo, que promovem maior similaridade entre solos geograficamente próximos.

5.5.2 Matriz de Correlação de Pearson

Nesta seção, são apresentadas as matrizes de correlação de Pearson para cada perfil individualmente, Figura 5.61 a 5.63, e para toda a topossequência analisada de forma geral,

Figura 5.64. Os resultados mostram as correlações entre as diferentes propriedades que incluem: densidade de partículas, porcentagens das frações, tamanho médio das partículas na fração argila, composição química e composição mineralógica.

As correlações são representadas por asteriscos coloridos, que indicam a intensidade e o tipo de relação entre as propriedades analisadas. As correlações positivas são marcadas com asteriscos sobre um fundo azul, onde um asterisco representa correlações entre 0,7 e 0,8, dois asteriscos indicam correlações entre 0,8 e 0,9 e três asteriscos correspondem a correlações entre 0,9 e 1,0. Essas correlações indicam que os pares de propriedades analisados são diretamente proporcionais. Por outro lado, as correlações negativas são representadas por asteriscos sobre um fundo vermelho. Nesse caso, um asterisco corresponde a correlações entre -0,7 e -0,8, dois asteriscos indicam correlações entre -0,8 e -0,9, e três asteriscos correspondem a correlações entre -0,9 e -1,0, indicando que os pares de propriedades analisados são inversamente proporcionais.

As matrizes apresentam as correlações entre diferentes propriedades físicas, químicas e mineralógicas, utilizando abreviações para facilitar a interpretação. Entre as propriedades físicas estão a densidade de partículas (Dp) e os tamanhos de partículas divididos em categorias granulométricas: 2 mm a 53 μ m (Areia), 2-1 mm (Ar1), 1-0,25 mm (Ar2), 0,25-0,053 mm (Ar3), 0,053-0,002 mm (Silte) e abaixo de 0,002 mm (Argila). Também foram incluídos os tamanhos médios de partículas da fração argila, analisados pelo método DLS, com duas concentrações distintas: 10 mg/100 mL (DLS1) e 50 mg/100 mL (DLS2). Os índices de intemperismo Ki e Kr foram correlacionados, assim como a composição química da TFSA, abrangendo elementos como Si, Al, K, Fe, Ti, S e Ca. Por fim, a composição mineralógica da TFSA pelos minerais quartzo (Qz), caulinita (Kln), gibbsita (Gbs), ilita (Ilt), muscovita (Ms), rutilo (Rt), magnetita (Mag) e calcita (Cal).

A matriz de correlação de Pearson do perfil RQ (Figura 5.61) revelou uma relação negativa entre a densidade de partículas e a fração areia (-0,92) e uma relação positiva com a fração silte (0,98). Isso indica que a presença da fração areia tende a reduzir a densidade de partículas, enquanto a fração silte contribui para seu aumento. As Tabelas de 5.11 a 5.13 auxiliam na justificativa desta relação, em relação a TFSA, o teor de quartzo aumenta na fração areia, e também aumenta na fração silte, o aumento na fração silte é menor porque a fração silte apresenta outros minerais como ilita e muscovita, que possuem densidade de partículas maiores que do quartzo, ou seja, os minerais ilita e muscovita são responsáveis em elevar o valor da densidade de partículas.

O teor de areia também apresentou correlação negativa e forte com o teor de silte (-0,97) e com o teor de argila (-0,94). Conforme evidenciado na Tabela 5.2, quando o teor de areia diminui, os teores de silte e argila aumentam. O teor de silte, entretanto, é ligeiramente superior ao de argila, fazendo sentido, uma vez que a correlação entre o teor de areia e teor de silte é mais forte.

O teor de argila demonstrou correlação negativa com os tamanhos médios de partículas medidos pela DLS1 (-0,96) e DLS2 (-0,72), indicando que, quanto maior o número de partículas na fração argila, menor o tamanho médio das partículas. Além disso, o teor de argila indica correlação forte com os índices de intemperismo K_i (-0,90) e K_r (-0,88), evidenciando que maiores teores de argila estão associados a valores mais baixos de K_i e K_r , caracterizando solos mais intemperizados. Também foram observadas correlações importantes da argila com os elementos químicos, sendo negativa com Si (-0,79) e positiva com Al (0,93) e K (0,7).

O quartzo apresentou correlação forte com o teor de areia no intervalo de 2 a 1 mm. O teor de argila mostrou correlação forte com o teor Al e correlação inversa forte com o tamanho de partículas, isto pode ser explicado, como aumento dos minerais como caulinita, illita, muscovita e gibbsita na amostra, além disso, indica que o tamanho médio torna-se menor. Os índices de intemperismo K_i e K_r , mostraram correlação forte com os teores de Si e Al,

O tamanho de partículas entre 2 e 1 mm (Ar_1) apresentou correlação forte com os minerais quartzo (+0,92), caulinita (-0,93) e illita (+0,92). O quartzo mostrou forte correlação com o teor de areia nessa faixa granulométrica, enquanto a argila indicou uma correlação positiva significativa com Al e uma correlação inversa com o tamanho das partículas. Isso pode ser explicado pelo aumento de minerais secundários como caulinita, illita, muscovita e gibbsita na amostra, que contribuem para a redução do tamanho médio das partículas. Por fim, os índices de intemperismo K_i e K_r apresentaram forte correlação com os teores de Si e Al, refletindo a relação entre os processos de intemperismo e a formação de minerais secundários.

Figura 5.61 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RQ. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho

	Dp	Areia	Ar1	Ar2	Ar3	Silte	Argila	DLS1	DLS2	Ki	Kr	Si	Al	K	Fe	Ti	S	Ca	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal
Dp																										
Areia	***																									
Ar1																										
Ar2	*	*																								
Ar3																										
Silte	***	***		*																						
Argila	*	***		*		**																				
DLS1	*	**		*		*	***																			
DLS2							*																			
Ki		*					**	**	*																	
Kr		*					**	**	**	***																
Si					*		*		**	***	***															
Al		**					***	***	*	***	***	***														
K					*		*	*		***	***	***	***													
Fe									***			*														
Ti				*						*	*	*	*	*	*	*										
S									**						*	*										
Ca																										
Qz			***																	***						
Kln			***																	***						
Gbs				*												*										
Ilt			***																***	*						
Ms									*	*	*	*		*	*	*	*				*					
Rt			***			*													***	***		***				
Mag	*					*													*	*		*		*	*	
Cal									***			*			*	*	*								*	

Fonte: O autor

Nota: Abreviações das propriedades: Dp (densidade de partículas), Areia (2 mm a 53 μ m), Ar1 (areia 2-1 mm), Ar2 (areia 1-0,25 mm), Ar3 (areia 0,25-0,053 mm), Silte (0,053-0,002 mm), Argila (<0,002 mm), DLS1 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 10 mg), DLS2 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 50 mg). *** Representa correlação entre -1 e -0,9 ou 1 e 0,9; ** entre -0,9 e -0,8 ou 0,8 e 0,9; e * entre -0,8 e -0,7 ou 0,7 e 0,8.

A matriz de correlação de Pearson do perfil RL (Figura 5.62) apresentou mais correlações fortes, variando entre 0,7 e 1,0 ou entre -0,7 e -1,0, em comparação com o perfil RQ. Muitas das correlações observadas foram comuns aos dois perfis, mas com intensidades diferentes. Assim como no perfil RQ, a densidade de partículas no perfil RL mostrou correlação com o teor de areia, teor de silte, teor de argila, teor de areia no intervalo de 1-0,5 mm e o tamanho médio das partículas da fração argila. Entretanto, diferentemente do perfil RQ, o perfil RL apresentou correlações adicionais com diversas propriedades, incluindo índices de intemperismo, elementos químicos e composição mineralógica.

O aumento da densidade de partículas no perfil RL foi associado a diversas mudanças importantes, como a diminuição dos valores dos índices K_i e K_r , indicando maior grau de intemperismo. Esse aumento também foi correlacionado ao aumento dos teores de silte e argila, à redução no tamanho médio das partículas da fração argila e no teor de Si, resultando na diminuição de minerais como quartzo e gibbsita. Além disso, o aumento da densidade de partículas foi associado a maiores teores de Al, que contribuíram para o aumento dos teores de caulinita, illita e muscovita.

O teor de areia também mostrou correlações comuns entre os perfis RL e RQ, como com os teores das frações silte e argila, além de com os índices de intemperismo. No entanto, o perfil RL apresentou uma característica distinta ao revelar quais minerais e elementos químicos estão diretamente relacionados aos índices de intemperismo e ao tamanho médio das partículas.

Figura 5.62 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RL. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho

	Dp	Areia	Ar1	Ar2	Ar3	Silte	Argila	DLS1	DLS2	Ki	Kr	Si	Al	K	Fe	Ti	S	Ca	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal
Dp																										
Areia	*																									
Ar1																										
Ar2	*	***																								
Ar3		***	**	***																						
Silte	*	***		***	***																					
Argila	*	***		***	***	***																				
DLS1	***																									
DLS2			***																							
Ki	***	**		*		**	**	***																		
Kr	***	*		*		*	*	***		***																
Si	***	*		*		*	*	***		***	***															
Al	***	**		**		*	*	**		***	***	***														
K	***	**		**		*	*	***		***	***	***	***													
Fe	**							***	**	*	*	*		*												
Ti	***	*		*		**	**	***		***	***	***	***	***	*											
S			***						***						*											
Ca																										
Qz	***	**		*	*	**	**	**		***	***	***	***	***		***										
Kln	***	**		*		*	*	**		***	***	***	***	***		***			***							
Gbs	***							***		***	***	***	*	***	***	***			**	**						
Ilt	**	***		***	*	***	***	*		***	***	*	***	***		***			***	***	*					
Ms	***							***		***	***	***	*	***	***	*			**	**	***					
Rt	**	***		***	*	***	***			***	***	*	***	***		***			***	***		***				
Mag	**							***	*	*	*	*	*	*	***	*	*		*	*	***		***			
Cal			**					*	***						***		***		*	*	*		*			**

Fonte: O autor

Nota: Abreviações das propriedades: Dp (densidade de partículas), Areia (2 mm a 53 μ m), Ar1 (areia 2-1 mm), Ar2 (areia 1-0,25 mm), Ar3 (areia 0,25-0,053 mm), Silte (0,053-0,002 mm), Argila (<0,002 mm), DLS1 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 10 mg), DLS2 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 50 mg). *** Representa correlação entre -1 e -0,9 ou 1 e 0,9; ** entre -0,9 e -0,8 ou 0,8 e 0,9; e * entre -0,8 e -0,7 ou 0,7 e 0,8.

A matriz de correlação de Pearson do perfil RY (Figura 5.63), ao contrário dos dois perfis anteriores, apresentou correlação opostas em diversas propriedades. Isto é, neste perfil, o aumento da densidade de partículas implica no aumento do teor de areia e aumento no tamanho médio da fração argila. Porém, o teor de areia continua com correlação positiva em relação ao tamanho de partículas da fração argila.

Da mesma forma que o perfil RQ, o perfil RY revela que fração argila correlacionou-se negativamente com os tamanhos médios de partículas da fração argila, indicando que, quanto maior o teor de argila, menor o tamanho médio das partículas. Correlacionando também com os índices de intemperismo, ou seja, quanto maior o teor de argila, maior grau de intemperismo, refletindo o aumento do grau de intemperismo com o acúmulo de minerais secundários, como caulinita, gibbsita, illita e muscovita, com correlações positivas.

Os minerais caulinita, gibbsita, illita e muscovita, mostraram ter correlação positiva com os teores de argila, indicando que o predomínio ocorre nestas frações. E esses minerais, exceto a gibbsita, não apresentou correlação forte com o teor de silte.

Figura 5.63 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas do perfil RY. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho

	Dp	Areia	Ar1	Ar2	Ar3	Silte	Argila	DLS1	DLS2	Ki	Kr	Si	Al	K	Fe	Ti	S	Ca	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal
Dp																										
Areia	***																									
Ar1																										
Ar2			**																							
Ar3				*																						
Silte	**	**			**																					
Argila	***	***	*			*																				
DLS1	**	**	**				**																			
DLS2	*	*	***	*			**	***																		
Ki			***	*			**	***	***																	
Kr			***	*			**	***	***	***																
Si	**	**	*				***	***	***	***	***															
Al	**	**	*				***	***	***	***	***	***														
K	*	*	*	*			**	*	**	***	***	***	***													
Fe	*	*	***	*			**	***	***	***	***	***	***	***												
Ti	***	**	*				***	***	***	***	***	***	***	***	***											
S			***	*			*	***	***	***	***	***	***	***	***	***										
Ca			***	*			*	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***									
Qz	***	***				**	***	*	*			**	**	*		**										
Kln	***	***				**	***	*				**	**			**			***							
Gbs	***	***	*				***	***	**	**	**	***	***	**	**	***	**	**	***	***						
Ilt	**	**				**	*												**	**						
Ms	***	***				*	***	*	*	*	*	***	**	*	***				***	***	***	*				
Rt	*	*					**					**	**	**		**			**		*	*	***			
Mag	***	***				*	***	**	*	*	*	***	***	**	**	***	*	*	***	***	***	*	***	*		
Cal																										

Fonte: O autor

Nota: Abreviações das propriedades: Dp (densidade de partículas), Areia (2 mm a 53 μ m), Ar1 (areia 2-1 mm), Ar2 (areia 1-0,25 mm), Ar3 (areia 0,25-0,053 mm), Silte (0,053-0,002 mm), Argila (<0,002 mm), DLS1 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 10 mg), DLS2 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 50 mg). *** Representa correlação entre -1 e -0,9 ou 1 e 0,9; ** entre -0,9 e -0,8 ou 0,8 e 0,9; e * entre -0,8 e -0,7 ou 0,7 e 0,8.

A matriz de correlação de Pearson entre os perfis RQ, RL e RY (Figura 5.64) revelou consistências importantes nas relações entre as propriedades dos solos. A correlação entre o teor de areia e o teor de argila foi consistente e negativa (-0,92), indicando que o aumento na fração areia está associado à redução da fração argila. Além disso, observou-se uma forte correlação positiva entre o teor de areia e o teor de quartzo, assim como correlação negativa entre o teor de areia e o teor de ilita.

Mostrou também que quando há maior tamanho de partículas, tanto na fração areia, quanto na fração argila, menor grau de intemperização de um solo, implicando ainda no aumento do teor de Si e diminuição do teor de Al.

A porcentagem de quartzo é inversamente proporcional a caulinita, ilita e muscovita. O que implica nos teores de argila, isto é, quanto maior teor de argila, maior concentração destes minerais na TFSA, o que pode ser verificado comparando as Tabelas 5.11 e 5.2. Apesar da matriz de correlação de Pearson entre os três perfis (Figura 5.64) não apresentar essa relação, são apresentadas na matriz de correlação do perfil RL e perfil RY, separadamente.

De forma consistente, nas quatro matrizes foram indicadas correlações fortes entre os teores de Si e Al, os índices de intemperismo K_i e K_r , e o tamanho de partículas da fração argila. A relação entre K_i e K_r e os Si e Al, é praticamente matemático, o que explica essa consistência. E o índice de intemperismo é baseado no conceito físico e na fundamentação teórica, de que as partículas que compõem o solo, sofre intemperização, sofrendo redução no tamanho de partículas.

Figura 5.64 – Matriz de correlação de Pearson das propriedades físicas, químicas e mineralógicas dos perfis RQ, RL e RY. As correlações positivas estão representadas por asteriscos em fundo azul, enquanto as negativas estão representadas por asteriscos em fundo vermelho

	Dp	Areia	Ar1	Ar2	Ar3	Silte	Argila	DLS1	DLS2	Ki	Kr	Si	Al	K	Fe	Ti	S	Ca	Qz	Kln	Gbs	Ilt	Ms	Rt	Mag	Cal
Dp																										
Areia																										
Ar1																										
Ar2			**																							
Ar3				*																						
Silte		*																								
Argila	**	***																								
DLS1																										
DLS2			*	*				**																		
Ki			**	*					**																	
Kr			**	*					**	***																
Si			*	*					**	***	***															
Al			*	*				*	***	***	***	***														
K																										
Fe									*	*	*	**	**													
Ti			*						***	**	**	***	***		*											
S									*		*	*	*		***											
Ca			**	*					*	***	***	***	**		*	*										
Qz		**				*	*					*	*													
Kln																			**							
Gbs								**	**							*										
Ilt		*				*													*							
Ms														*					*			*				
Rt	*	*					**																			
Mag																*										
Cal																										

Fonte: O autor

Nota: Abreviações das propriedades: Dp (densidade de partículas), Areia (2 mm a 53 μ m), Ar1 (areia 2-1 mm), Ar2 (areia 1-0,25 mm), Ar3 (areia 0,25-0,053 mm), Silte (0,053-0,002 mm), Argila (<0,002 mm), DLS1 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 10 mg), DLS2 (tamanho médio de partículas da argila analisada com concentração de 50 mg). *** Representa correlação entre -1 e -0,9 ou 1 e 0,9; ** entre -0,9 e -0,8 ou 0,8 e 0,9; e * entre -0,8 e -0,7 ou 0,7 e 0,8.

6 DISCUSSÃO

Neste capítulo, discutem-se os principais resultados na caracterização física, química, mineralógica e microscópica dos Neossolos que compõem a topossequência estudada, relacionando-os com a literatura e as hipóteses formuladas no início deste trabalho. O teste de Tukey e a matriz de correlação de Pearson desempenharam um papel fundamental na interpretação das propriedades físicas, químicas, mineralógicas e microscópica da topossequência. Esses métodos estatísticos permitiram relacionar características como a densidade de partículas, granulometria, tamanhos de partículas e classificação textural (Tabelas 5.1 a 5.3), bem como a composição química da TFSA e das frações granulométricas (Tabelas 5.4 a 5.8), índices de intemperismo (Tabelas 5.9 e 5.10) e composição mineralógica (Figuras 5.33 a 5.40 e Tabelas 5.11 e 5.12), e ainda analisar a relação da coloração dos horizontes que foi analisada de forma qualitativa (Figura 5.1). Essas análises auxiliaram a compreender como essas propriedades estão associadas ao longo da topossequência e como refletem os processos pedogenéticos em diferentes posições da paisagem.

Houve diversos destaques em vários horizontes, o horizonte RY C2 é o horizonte mais escuro, tem menor densidade de partículas ($2,49 \text{ g/cm}^3$), menor teor de areia (58%) e maior teor de argila (25%), sendo único classificado como solo franco argiloso arenoso. Pelo método de Rietveld, na Tabela 5.1, foi possível estimar que possui maior soma dos minerais caulinita, gibbsita, ilita e muscovita (56%). Os índices de intemperismo indicaram diferentes informações, os índices Ki e Kr estimado pelo WDXRF, mostrou que o horizonte RY C2 é o mais intemperizado da topossequência, porém, estimado pelo EDXRF, mostrou que possui o grau de intemperização muito semelhante aos solos do perfil RQ. A DLS determinou o tamanho médio de partículas da fração argila, porém, os valores encontrados do horizonte RY C2 (entre 0,347 e 0,433 μm), mostraram ser maiores em relação aos horizontes do perfil RQ, além disso, mostrou que 40% do material dentro da TFSA, pertence à fração da areia de 1-0,25 mm, evidenciando que o horizonte RY C2, não podendo afirmar que é o solo mais intemperizado. Realizando a comparação da cor do solo e o teor de Fe, pode se dizer que a coloração escura tende a ser devido à presença de matéria orgânica, uma vez que os solos do perfil RQ e RL possuem maior teor de Fe mas que são mais claros em relação ao RY C2.

Outra amostra com destaque é do horizonte RY C/R, pela sua coloração mais esbranquiçada e teor de argila extremamente baixo de acordo com Yanagisawa (2019). A classificação textural deu-se como areia, com teor de areia de 88,4%, teor de silte de 11% teor de argila extremamente baixo de 0,56%. A densidade de partícula foi de $2,64 \text{ g/cm}^3$, valor

próximos do quartzo e caulinita, e nesta tese foi verificado que estes dois minerais somam-se a 88,4% da composição. Além disso, o horizonte RY C/R mostrou que possui maior tamanho de partículas, tanto no intervalo de 2-1 mm, com teor de 7%, quanto no tamanho de partículas da fração argila com tamanho médio entre 0,808 e 0,880 μm . Os índices de intemperismo estimados apresentaram valores extremamente altos, indicando pouca intemperização do solo, e a cor esbranquiçada indica que trata-se de um solo com pouca alteração química, ou seja, é um solo com propriedade próxima do material parental.

O perfil RQ, que apresenta cinco horizontes, mostrando ser mais homogêneo entre os três perfis, tanto na coloração (Figura 5.1), na densidade de partículas, tamanho de partículas nos diferentes intervalos e classificação textural (Tabelas 5.1 a 5.3), os índices de intemperismo estimados (Tabelas 5.9 e 5.10), composição química e composição mineralógica, tanto da TFSA, quanto das frações (Tabelas 5.4 a 5.8 e Tabelas 5.11 a 5.14). A média da densidade de partículas é de 2,61 g/cm³, este valor pode ser justificado pela soma do teor do quartzo e da caulinita que possui média de 73,6% dos solos. O teor de areia diminui ligeiramente conforme o aumento da profundidade, e os teores de silte e argila aumentam conforme o aumento da profundidade, com todos os horizontes classificados como franco arenoso.

Ainda no perfil RQ, o tamanho de partículas teve predomínio no intervalo de 0,25-0,053 mm, que é a fração fina da areia, com média de 51,9% da composição da TFSA, além disso, a fração argila com média do tamanho médio das partículas de 0,277 μm . A granulometria do perfil RQ seguiu a mesma tendência do RQ analisado pelo Mendonça *et al.* (2013), com predomínio de areia fina, seguida de areia grossa, silte e argila. Essas informações revelam que este perfil é mais intemperizado que os outros perfis, o que é corroborado com os índices de intemperismo K_i e K_r estimados, que apresentam valores mais baixos em relação aos outros perfis. O maior grau de intemperismo pode ser justificado também pelo teor de gibbsita na TFSA que são maiores, com média de 11,54%, apesar de não quantificado no RM-XRD, foi possível verificar que há concentração expressiva no FTIR da fração areia (Figura 5.34), o que justifica o predomínio de materiais no intervalo de 0,25-0,053 mm.

Ainda no perfil RQ, analisando o resultado do RM-XRD da fração argila, observa-se que o teor de gibbsita é ainda maior, com maior valor no horizonte RQ A, de 27,8%, porém inferior a caulinita, com maior valor de 53,5% no horizonte RQ C1. Na fração silte, a média da gibbsita é de 3,94% e a média da caulinita é de 5,44%. Portanto, é na fração argila que a gibbsita e caulinita predominam, porém no SEM-FEG, o provável mineral encontrado são as de caulinita, que possuem diversos tamanhos em formatos de placas, variando os tamanhos de 0,5

a 5 μm . O mineral gibbsita geralmente possuem dimensões menores, próximos de 0,1 μm , justificando o tamanho de partículas encontrado no DLS.

O perfil RL, que possui três horizontes, e com profundidade de 50 cm, variou consideravelmente, quando comparado à variação do perfil RQ, que praticamente não teve variação. O horizonte RL C, destaca-se por ser o horizonte mais siltoso na topossequência, com teor de silte de 21,9%, este perfil apresenta a densidade de partículas que diminui conforme a profundidade. No perfil RL, o índice de intemperismo diminui conforme a profundidade, indicando que os solos de maior profundidade são mais intemperizados, relação oposta à densidade de partículas, que são uma das relações apresentadas pela correlação de Pearson.

O perfil RL destaca-se também, pelo segundo horizonte que apresentou areia no intervalo de 2-1 mm com valor acima de 1%, este sendo o horizonte RL AC, com valor de 3,9%. Este horizonte também apresentou valores consideráveis nos outros intervalos.

Em relação a classificação textural foram classificados como Areia, os solos que tiveram areia no intervalo de 2-1 mm, com valor de pelo menos 1%, que foram os horizontes RL AC e RY C/R. Em contrapartida, os classificados como Areia Franca, foram os que tiveram menor valor no intervalo de 2-1 mm, com 0,1% para o RL A e 0,0% para RY A.

Os resultados de densidade de partículas confirmaram a predominância de minerais como quartzo nos horizontes superficiais, especialmente no perfil RQ, caracterizado por uma textura arenosa. Em contrapartida, o Neossolo Flúvico (RY), localizado em posição mais baixa na topossequência, apresentou maior proporção de partículas finas, evidenciando a deposição de materiais transportados das regiões mais altas.

O perfil RY, que possui quatro horizontes, em diversas propriedades apresentou um comportamento padrão até o terceiro horizonte, e que no quarto horizonte, ocorria uma mudança sem padrão, indicando que houve influência externa na formação do solo.

O tamanho de partículas na fração argila foi menor no perfil RQ, segundo a técnica DLS (Tabelas 5.2 e 5.3), as partículas variam entre 0,244 a 0,315 μm . Essas partículas também puderam ser observadas nas técnicas de SEM-FEG (Figura 5.45 a 5.55). De acordo com as correlações de Pearson, o tamanho médio de partículas está relacionado com os índices de intemperismo K_i e K_r estimados, os quais indicam maior grau de intemperismo ao longo da topossequência. A técnica DLS, considerando a amostra de menor concentração, apresentou resultados diferentes em relação aos outros perfis. Além do tamanho de partículas, ela também diz sobre o PDI, onde o PDI entre 0,1 e 0,4 é considerado moderadamente polidisperso (Bhattacharjee, 2016), isto é, o limite de variação do tamanho de partículas são menores, e os demais perfis indicaram ser altamente polidisperso.

Nos solos, os óxidos de ferro que são comumente encontrados são hematita, ilmenita, magnetita, maghemita, goethita (Silva, 2015). E, conforme os minerais identificados no FTIR e XRD, e que teve o melhor ajuste no RM-XRD, a magnetita mostrou ser o mais provável, e segundo Cornell e Schwertmann (2003) é óxido de ferro que são encontrados em regiões tropicais e subtropicais, região na qual Baliza-GO está localizada. Além disso, de acordo com Cornell e Schwertmann (2003), a magnetita é encontrada nas frações mais grosseiras, como mostraram os resultados da FTIR nas frações areia e silte, região de 600 a 240 cm^{-1} (Figuras de 5.38 e 5.39).

De acordo com Ferreira (2010), partículas menores tendem a ser transportadas para os horizontes de maior profundidade, esta afirmação define diversas situações. Os horizontes de maior profundidade tendem a ter maior teor de argila, ter grau de intemperismo mais acentuado e ter maior quantidade de minerais com tamanhos menores.

7 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

A topossequência possui propriedades semelhantes em relação à composição química e à composição mineralógica indicando que a origem dos horizontes dos perfis dos solos é do mesmo material parental.

Ao comparar o grau de intemperismo estimado com o tamanho de partículas e os minerais presentes, de forma geral, o perfil RQ mostrou-se mais intemperizado devido aos tamanhos de partículas menores, tanto na fração areia quanto na fração argila, e a presença do mineral gibbsita em maior quantidade.

Os resultados mostraram que os perfis mais próximos, possuem mais semelhanças um ao outro, principalmente os horizontes superficiais e os horizontes de maior profundidade, ou seja, RQ e RL apresentaram mais semelhanças em suas propriedades.

O caráter flúvico é verificado pelas propriedades dos horizontes RY C1 e RY C2 que são bastante diferentes do horizonte RY A, cujas propriedades são semelhantes ao horizonte RL A, ou seja, o RY A apresenta características de formação influenciada pelos sedimentos do RL A.

Portanto, as próprias propriedades físicas, químicas, mineralógicas e microscópicas de cada perfil, RQ, RL e RY, implicam e correlacionam propriedades entre os horizontes subjacentes de cada perfil e perfis adjacentes da topossequência.

Desta forma, espera-se que este trabalho possa contribuir de uma forma que incentive desenvolvimento de trabalhos em solos arenosos, uma vez que é necessário utilizar o recurso solo cada vez mais com maior cuidado.

E por fim, como trabalhos futuros, pretende-se:

Determinar os índices K_i e K_r por meio da determinação de Si, Al e Fe de acordo com Texeira *et al.* (2017) pelo ataque sulfúrico e por complexometria ou espectrometria de absorção atômica e comparar com os dados apresentados nesta tese

Usar a técnica de SEM-FEG em análises da TFSA e das frações areia e silte a fim de fornecer informações microscópicas e compará-las com os resultados apresentados no presente trabalho.

Estimar a composição química por meio do resultado da RM-XRD e comparar as composições químicas obtidas por EDXRF, WDXRF e SEM-FEG.

REFERÊNCIAS

- ALVES, E. C. Proposta de mudança do ensaio inderbitzen empregando solos do cerrado goiano com diferentes densidades. **Acta Geográfica**, v. 16, n. 42, p. 15–38, set./dez. 2022.
- ANTONIASSI, J. L. **A difração de raios x com método de Rietveld aplicada a bauxita de Porto Trombetas, PA**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2010.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502 - Rocha e Solos - Terminologia**. 2. ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2022.
- BAIRD, C. **Química Ambiental**. Tradução de Maria Angeles Lobo Recio e Liz Carlos M. Carrera. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002. 622 p.
- BALAN, E.; LAZZERI, M.; MORIN, G.; MAURI, F. First-principles study of the OH-stretching modes of gibbsite. **American Mineralogist**, v. 91, n. 1, p. 115–119, jan. 2006.
- BERGAYA, F.; THENG, B. K. G.; LAGALY, G. **Handbook of Clay Science**. Amsterdam: Elsevier, 2006. 1224 p.
- BERNE, B. J.; PECORA, R. **Dynamic Light Scattering: With Applications to Chemistry, Biology, and Physics**. Mineola: Dover Publications, 2000. 376 p.
- BHATTACHARJEE, S. DLS and zeta potential – What they are and what they are not? **Journal of Controlled Release**, v. 235, p. 337–351, ago. 2016.
- BISH, D. L.; VON DREELE, R. B. Rietveld Refinement of Non-Hydrogen Atomic Positions in Kaolinite. **Clays and Clay Minerals**, v. 37, n. 4, p. 289–296, ago. 1989.
- BORTOLUZZI, E. C.; MOTERLE, D. F.; SANDO, R. D.; CASALI, C. A.; MELO, G. W.; BRUNETTO, G. Mineralogical changes caused by grape production in a regosol from subtropical Brazilian climate. **Journal of Soils and Sediments**, v. 12, n. 6, p. 854–862, jun. 2012.
- BOTELHO, M. R.; DALMOLIN, R. S. D.; PEDRON, F. A.; AZEVEDO, A. C.; RODRIGUES, R. B.; MIGUEL, P. Medida da cor em solos do Rio Grande do Sul com a carta de Munsell e por colorimetria. **Ciência Rural**, v. 36, p. 1179–1185, ago. 2006.
- BRINATTI, A. M. **Uso de espectroscopias e difração de raios X aplicadas à caracterização mineralógica de solos**. 2001. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo. 2001.
- CASTRO, P. H. M. de; VENDRAME, P. R. S.; PINESE, J. P. P. Mineralogia da fração argila de solos localizados em ilhas no alto Rio Paraná, PR/MS. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**. v. 35, n. 2, p. 181–188, jul./dez. 2014.
- COHEN, J. **Statistical power analysis for the behavioral sciences**. 2. ed. Hillsdale: Lawrence Erlbaum Associates, 1988.
- CORRÊA, M. M.; KER, J. C.; MENDONÇA, E. S.; RUIZ, H. A.; BASTOS, R. S. Atributos físicos, químicos e mineralógicos de solos da região das Várzeas de Sousa (PB). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 27, n. 2, p. 311–324, abr. 2003.

CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. **The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses**. Weinheim: John Wiley & Sons, 2003. 664 p.

DI GIUSEPPE, D.; MELCHIORRE, M.; TESSARI, U.; FACCINI, B. Relationship between particle density and soil bulk chemical composition. **Journal of Soils and Sediments**, v. 16, n. 3, p. 909–915, mar. 2016.

DONAGEMMA, G. K. Análise Granulométrica. In: **Manual de Métodos de Análise de Solo**. 3. ed. rev. e aum. Brasília: Embrapa, 2017.

DRITS, V. A.; ZVIAGINA, B. B.; MCCARTY, D. K.; SALYN, A. L. Factors responsible for crystal-chemical variations in the solid solutions from illite to aluminoceladonite and from glauconite to celadonite. **American Mineralogist**, v. 95, p. 348-361, 2010.

ELTOHAMY, K. M.; MILHAM, P. J.; GOUDA, M.; MENEZES-BLACKBURN, D.; KHAN, S.; LIU, B.; JIN, J.; YE, Y.; LIANG, X. Size and composition of colloidal phosphorus across agricultural soils amended with biochar, manure and biogas slurry. **Carbon Research**, v. 2, n. 16, abr. 2023.

FERNANDES, K.; JUNIOR, J. M.; RIBON, A. A.; ALMEIDA, G. M. Characterization and detailed mapping of C by spectral sensor for soils of the Western Plateau of São Paulo. **Scientific Reports**, v. 14, art. 17311, jul. 2024.

FERREIRA, M. M. Caracterização física do solo. In: **Física do Solo**. Lier, Q. de J. van (ed). 1. ed. Viçosa.: Sociedade Brasileira de Ciências do Solo, 2010.

FONSECA, J.; CAMPOS, M.; BRITO FILHO, E. G.; MANTOVANELLI, B.; SILVA, L.; LIMA, A.; CUNHA, J.; SIMÕES, E.; SANTO, L. A. Soil–landscape relationship in a sandstone-gneiss topolithosequence in the State of Amazonas, Brazil. **Environmental Earth Sciences**, v. 80, nov. 2021.

FOTH, H. D. **Fundamentals of Soil Science**. 8. ed. New York: John Wiley & Sons, 1990. 360 p.

FREITAS, A. R. **Estatística experimental na agropecuária**. Brasília: Embrapa, 2022. 457 p.

GADSDEN, J. A. **Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds**. London: Butterworth, 1975.

GRAF, D. L. Crystallographic tables for the rhombohedral carbonates. **American Mineralogist**, v. 46, n. 11–12, p. 1283–1316, dez. 1961.

HAMMOND, C. **The basics of Crystallography and Diffraction**. New York: Oxford University Press, 1998. 249 p.

HILL, R. J.; HOWARD, C. J. J. Quantitative Phase Analysis from Neutron Powder Diffraction Data Using the Rietveld Method. **Journal of Applied Crystallography**, v. 20, p. 467-474, 1987.

HU, N.; XU, C.; GENG, Z.; HU, F.; LI, Q.; MA, R.; WANG, Q. The interplay of particle properties and solution chemistry on aggregation kinetics of soil nanoparticles. **Journal of Soils and Sediments**, v. 22, n. 6, p. 1761–1772, jun. 2022.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Manual técnico de pedologia**. 2. ed. Rio de Janeiro: IBGE, 2007.

IZDEBSKA-MUCHA, D.; TRZCIŃSKI, J. Clay soil behaviour due to long-term contamination by liquid petroleum fuels: microstructure and geotechnical properties. **Bulletin of Engineering Geology and the Environment**, v. 80, n. 4, p. 3193–3206, abr. 2021.

JENNY, H. **Factors of soil formation: a system of quantitative pedology**. New York: McGraw-Hill Book Co., Inc, 1941.

KÄMPF, N.; CURI, N. Conceitos de solos e sua evolução histórica. *In: Pedologia: fundamentos*. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciências do Solo, 2012. p. 1-21.

LARSON, A. C.; VON DREELE, R. B. **General Structure Analysis System**. Los Alamos National Laboratory, 2004. 231 p.

LEITE, W. C. **Qualidade de Refinamento do Método de Rietveld em Amostras de Solo**. 2012. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de concentração: Física) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

LICCARDO, A.; CHRODUR, N. **Os Minerais: Elementos da geodiversidade**. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2017.

LIMA, H. N.; MELLO, J. W. V.; SCHAEFER, C. E. G. R.; KER, J. C.; LIMA, A. M. N. Mineralogia e química de três solos de uma topossequência da bacia sedimentar do Alto Solimões, Amazônia ocidental. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 30, p. 59–68, fev. 2006.

LOUBSER, M.; VERRYIN, S. Combining XRF and XRD analyses and sample preparation to solve mineralogical problems. **South African Journal of Geology**, v. 111, n. 2–3, p. 229–238, set. 2008.

MAGALHÃES, R. C.; GOMES, R. C. M. **Mineralogia e química de solo de várzea e suas susceptibilidades no processo de Terras Caídas na comunidade do Divino Espírito Santo-AM**. Soc. & Nat., Uberlândia, v. 25, n. 3, p. 609-621, set./dez. 2013.

MEDEIROS, P. S. C. D.; NASCIMENTO, P. C. D.; INDA, A. V.; SILVA, D. S. D. Caracterização e classificação de solos graníticos em topossequência na região Sul do Brasil. **Ciência Rural**, v. 43, n. 7, p. 1210–1217, jul. 2013.

MENDONÇA, B. A. F.; FILHO, E. I. F.; SCHAEFER, C. E. G. R.; SIMAS, F. N. B.; JUNIOR, J. F. V.; LISBOA, B. A. R.; MENDONÇA, J. G. F. Solos e geoambientes do Parque Nacional do Viruá e entorno, Roraima: visão integrada da paisagem e serviço ambiental. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 23, n. 2, p. 427–442, jun. 2013.

MOHR, D. L.; WILSON, W. J.; FREUND, R. J. **Statistical Methods**. 4. ed. Hoboken: Wiley, 2022.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. **Applied Statistics and Probability for Engineers**. 7. ed. Hoboken: Wiley, 2018.

NASCIMENTO-DIAS, B. L. do; OLIVEIRA, D. F.; ANJOS, M. J. dos. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 39, p. e4308, maio 2017.

NOGUEIRA, B. K. A.; SILVA, L. S.; GASQUES, L. R.; DAVI, J. E. A.; FIGUEIREDO, R. F.; AZEVEDO, A. C.; COSTA, A. C. S.; SILVA, I. A. G.; TIECHER, T.; PACHECO, L. P.; SOUZA, E. D. Spatial Variability of Potassium and Agricultural Productivity in Sandy Loam Soil with Rock Dust under Functional Diversity in the Brazilian Cerrado. **Journal of Soil Science and Plant Nutrition**, v. 24, n. 2, p. 3441–3458, jun. 2024.

PIRES, L. F.; YANAGUISAWA, V. A.; BRINATTI, A. M.; SAAB, C. S.; CORRECHEL, V. Influence of the clay fractions from various horizons on the radiation shielding parameters of an Arenosol. **Clay Minerals**, p. 1–12, set. 2024.

PORTUGAL, A. F. **Geoambientes de terra firme e várzea da região do Juruá, noroeste do Acre**. 2009. Tese (Doutorado em Solo e Nutrição de Plantas) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2009.

PRANDEL, L. V. **Integração de métodos de caracterização mineralógica de solos cauliniticos**. 2015. Tese (Doutorado em Ciências – Área de concentração: Física) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.

QUANTACHROME INSTRUMENTS. **Multipycnometer Instruments Model: MVP-D160-E – Operating Manual**. Boynton Beach: Quantachrome Instruments, 2009.

RICHARDSON, S. M.; RICHARDSON, J. W. Crystal structure of a pink muscovite from Archer's Post, Kenya: implications for reverse pleochroism in dioctahedral micas. **American Mineralogist**, v. 67, n. 1–2, p. 69–75, fev. 1982.

SADRI, N.; BAGHERNEJAD, M.; GHASEMI-FASAEI, R.; MOOSAVI, A. A.; HARDIE, A. G. Characterization of clay and nanoclay extracted from a semi-arid Vertisol and investigation of their carbon sequestration potential. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 196, n. 1, p. 96, dez. 2023.

SAMPAIO, I. B. M. **Estatística aplicada à experimentação animal**. Belo Horizonte: Fundação de Estudo e Pesquisa em Medicina Veterinária e Zootecnia, 2010.

SANTANA, N. M. P. de; ENCINAS, J. I.; AMORIM, L. B.; VILAVERDE, J. L. J. Chuvas, erosividade, erodibilidade, uso do solo e suas relações com focos erosivos lineares na alta bacia do rio Araguaia. **Sociedade & Natureza**, v. 19, p. 103–121, dez. 2007.

SANTANA, O. A.; ENCINAS, J. I.; INÁCIO, E. S. B.; AMORIM, L. B.; VILAVERDE, J. L. J. Relação entre o índice de avermelhamento do solo e o estoque de carbono na biomassa aérea da vegetação de cerrado. **Ciência Florestal**, v. 23, p. 783–794, dez. 2013.

SANTOS, E.; GAMA, E.; FRANÇA, R.; SOUZA, A.; MATOS, R. Espectrometria de fluorescência de raios-x na determinação de espécies químicas. **Enciclopedia Biosfera**, v. 9, n. 17, dez. 2013.

SANTOS, H. G. dos; JACOMINE, P. K. T.; DOS ANJOS, L. H. C.; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; de ALMEIDA, J. A. ; de ARAÚJO FILHO, J. C.; OLIVEIRA, J. B. de; CUNHA, T. J. F. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e aum. Brasília: Embrapa, 2018.

SCHADOSIN, J.; SAAB, S. C.; BRINATTI, A. M.; PIRES, L. F. Quantitative and qualitative characterization of the granulometry of an Inceptisol. **Química Nova**, v. 46, p. 329–335, maio 2023.

SMITH, B. C. **Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2011.

SPERA, S. T.; REATTI, A.; CORREIA, J. R.; CUNHA, T. J. F. Solos arenosos no Brasil: problemas, riscos e opções de uso. **Revista de Política Agrícola**, v. 7, n. 2, p. 18–26, out. 2012.

TECH, L.; PIRES, L. F.; BRINATTI, A. M.; SAAB, S. C.; CORRECHEL, V.; MOMOLI, R. S. Elemental and radiation attenuation parameter analyses to characterize a Cambisol from the Serra Dourada State Park, Brazil. **Environmental Earth Sciences**, v. 81, fev. 2022.

TEIXEIRA, P. C.; DONAGEMMA, G. K.; FONTANA, A.; TEIXEIRA, W. G. **Manual de métodos de análise de solo**. Brasília: Embrapa, 2017.

TIECHER, T. **A Química antes da Química do Solo**. 1. ed. Frederico Westphalen, Rio Grande do Sul: Editora URI, 2015, 92 p.

TILLEY, R. J. D. **Cristalografia: cristais e estruturas cristalinas**. Trad. Fábio R. D. de Andrade. 1. ed. São Paulo: Pioneira, 2014. 272 p.

VELDE, B. **Introduction to Clay Minerals**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1992.

WARR, L. N. Recommended abbreviations for the names of clay minerals and associated phases. **Clay Minerals**, v. 55, n. 3, p. 261–264, set. 2020.

WECHSLER, B.; LINDSLEY, D. H.; PREWITT, C. Crystal structure and cation distribution in titanomagnetites (Fe (sub 3-x) Ti x O 4). **American Mineralogist**, v. 69, p. 754-770, 1984.

WEI, P. H. Die Bindung im Quarz. **Zeitschrift fur Kristallographie**, v. 92, p. 1-8, 1935.

WEIL, R. R.; BRADY, N. C. **The Nature and Properties of Soils**. 15. ed. Harlow: Pearson Education Limited, 2017.

WYCKOFF, R. W. G. Crystal structures. **Acta Crystallographica**, v. 1, n. 2, 1965.

YANAGUISAWA, V. A. **Caracterização inicial de um horizonte de um neossolo**. 2018. TCC (Graduação em Bacharelado em Física) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2018.

YANAGUISAWA, V. A. **Caracterização mineralógica de um Neossolo Flúvico por técnicas de espectroscopia, microscopia e difração de raio X**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciência – Área de concentração: Física) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2019.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. Oxford, New York: Oxford University Press, 1995.