**Universidade de São Paulo
Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”**

**Caracterização físico-hídrica e fracionamento físico da matéria
orgânica em solo com horizonte antrópico**

Sâmala Glícia Carneiro Silva

Tese apresentada para obtenção do título de
Doutora em Ciências. Área de concentração: Solos
e Nutrição de Plantas

**Piracicaba
2016**

Sâmala Glícia Carneiro Silva
Engenheira Agrônoma

**Caracterização físico-hídrica e fracionamento físico da matéria orgânica
em solo com horizonte antrópico**

Orientador:
Prof. Dr. **ALVARO PIRES DA SILVA**

Tese apresentada para obtenção do título de
Doutora em Ciências. Área de concentração: Solos
e Nutrição de Plantas

Piracicaba
2016

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
DIVISÃO DE BIBLIOTECA - DIBD/ESALQ/USP**

Silva, Sâmala Glícia Carneiro

Caracterização físico-hídrica e fracionamento físico da matéria orgânica em solo com horizonte antrópico / Sâmala Glícia Carneiro Silva. - - Piracicaba, 2016.
75 p. : il.

Tese (Doutorado) - - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz".

1. Carbono pirogênico 2. Carvão 3. Agregação 4. Terra Preta de Índio 5. Propriedades físicas do solo 6. Estrutura do solo I. Título

CDD 631.417
S586c

"Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte – O autor"

DEDICATÓRIA

A Deus, pelo dom da vida e por me lembrar de que tudo está sob o seu controle.

Aos meus pais, por todo o amor e carinho a mim dedicado desde sempre.

Aos meus irmãos pela amizade e companheirismo, e aos meus sobrinhos Rafaella e

Lucca, por despertarem em mim os sentimentos mais nobres que existem.

*Aos demais familiares pelas orações pela conclusão de mais uma etapa de minha
formação.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, sem o qual chegar até aqui não seria possível, e por me mostrar que “Aquele que começou a boa obra é fiel e justo para completá-la”.

Aos professores do Departamento de Ciência do Solo da ESALQ/USP, pela oportunidade concedida de avançar mais um degrau na escada do saber, e pelos conhecimentos transmitidos;

Ao meu orientador Prof. Dr. Alvaro Pires da Silva, pela orientação e incentivo fundamental no decorrer deste curso;

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior – CAPES, pelo financiamento da etapa inicial deste projeto;

A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP, pelo financiamento do projeto no país e pela concessão de bolsa de estágio no exterior;

A Prof. Dra. Herdjanira Veras de Lima e Dra. Dirse Kern, por providenciarem os meios necessários para a execução da coleta no campo, e Katiane Barros pela ajuda nas coletas;

Aos funcionários de campo da Estação Científica “Ferreira Penna” do Museu Paraense Emílio Goeldi, por me guiarem de forma segura pelo interior da floresta e assim me permitirem encontrar a Terra Preta de Índio pessoalmente;

Aos funcionários do Departamento de Ciência do Solo da ESALQ/USP, em especial: Jair Ferrer, Marta, Rossi, Fernando e Célia;

Ao Prof. Dr. William Horwath e Dr. Lucas Silva pela oportunidade e orientação durante o período de estágio na Universidade da Califórnia – Davis; ao Msc. Timothy (Tad) Doane pelos valiosos ensinamentos e amizade; a toda a equipe do Soil Biogeochemistry Lab pela recepção e bom convívio;

Aos amigos: Sueli, Carla, Osvaldo, Joice, Sabrina, Tácio, Adrien e Theresa por estarem presentes quando foi necessário, mesmo que não fisicamente;

Aos amigos e colegas que entraram no meu caminho e deixaram um pouco de si, com quem aprendi mais sobre a vida: Edison, Lorena, Hélio, Sara, Renato, Márcio, Renata, Selene, Raul, Virgínia, Patrícia, Cristiane, Alessandra, Branko, Miriam, Ria DeBiase, Lili Zhang, Juan Wang, Alveiro, Jiro, Bárbara, Roberta, Pablo, Alan, Libby, Clevea;

A todos que não foram citados, mas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho, expresso a minha gratidão.

*Pois aquilo que uma pessoa plantar, é o que ela também vai colher.
Não devemos nos cansar de fazer o bem.
Pois nós obteremos a nossa colheita no tempo certo,
se não desistirmos.”*

Carta aos Gálatas 6:7;9

*“Dai-me Senhor, a perseverança
das ondas do mar,
que fazem de cada recuo
um ponto de partida
para um novo avanço”*

Gabriela Mistral

SUMÁRIO

RESUMO.....	11
ABSTRACT.....	13
1 INTRODUÇÃO.....	15
2 DESENVOLVIMENTO.....	19
2.1 Revisão Bibliográfica.....	19
2.1.1 Evolução das pesquisas sobre Terra Preta de Índio.....	19
2.1.2 Agregação e matéria orgânica do solo.....	22
2.1.3 Fracionamento físico da matéria orgânica	23
2.2 Material e Métodos.....	25
2.2.1 Localização da área de estudo.....	25
2.2.2 Descrição da área de estudo.....	27
2.2.3 Amostragem de solo.....	28
2.2.4 Análises físicas.....	30
2.2.4.1 Distribuição de partículas do solo.....	30
2.2.4.2 Densidade do solo, densidade de partículas, macro e microporosidade, porosidade total, capacidade de campo.....	30
2.2.4.3 Permeabilidade do solo ao ar (Ka).....	31
2.2.4.4 Condutividade hidráulica do solo (Ksat).....	31
2.2.4.5 Curva de retenção da água no solo.....	32
2.2.4.6 Estabilidade de agregados pelo método HEMC (<i>“High-Energy Moisture Characteristic”</i>).....	32
2.2.5 Análise química para caracterização da fertilidade.....	33
2.2.6 Fracionamento Físico da Matéria Orgânica do Solo.....	36
2.2.7 Determinação isotópica de $\delta^{13}\text{C}$	36
2.2.8 Determinação do Carbono Pirogênico.....	38
2.2.9 Forma de análise dos resultados.....	39
2.3 Resultados e discussão.....	40
2.3.1 Caracterização das propriedades físicas do solo.....	40
2.3.2 Fracionamento físico da matéria orgânica de agregados estáveis em água.....	55
2.3.3 Distribuição do carbono pirogênico nas frações.....	59
3 CONCLUSÃO.....	65

REFERÊNCIAS.....	67
------------------	----

RESUMO

Caracterização físico-hídrica e fracionamento físico da matéria orgânica em solo com horizonte antrópico

Nos últimos anos o interesse pelo estudo da Terra Preta de Índio (TPI) tem aumentado em razão das suas características únicas em relação aos solos normalmente encontrados na região, como sua maior fertilidade natural. Diversos estudos relatam que a presença do chamado carbono pirogênico na composição das TPIs é a responsável por esta superioridade, entretanto ainda não se sabe se este afeta as propriedades físicas dos solos de TPI. Esta pesquisa tem como objetivo comparar o comportamento de propriedades físico-hídricas de solos antrópicos (Terra Preta de Índio) com um solo adjacente por meio da determinação de suas propriedades físicas, e verificar a distribuição do carbono pirogênico entre os diferentes compartimentos da matéria orgânica em solos de TPI e adjacentes. Para este estudo foram coletadas amostras indeformadas em anéis volumétricos e blocos em uma área de TPI e adjacente. As áreas estão localizadas na Floresta Nacional de Caxiuanã, estado do Pará. As propriedades físicas analisadas foram textura, porosidade total, macro e microporosidade, curva de retenção da água no solo, condutividade hidráulica saturada, permeabilidade do solo ao ar e estabilidade de agregados. Para verificar o comportamento da matéria orgânica foi realizado o fracionamento físico, onde foram analisados a distribuição do carbono total e pirogênico nas diferentes frações da matéria orgânica. Verificou-se diferença nas duas áreas quanto às propriedades físicas porosidade total, macro e microporosidade, condutividade hidráulica do solo (K_{sat}), permeabilidade do solo ao ar (K_a), e retenção de água no solo, entretanto não foi possível verificar diferenças na estabilidade de agregados entre as duas áreas. A distribuição da matéria orgânica nas diferentes frações do solo foi distinta nas duas áreas, onde verificou-se que na área de TPI o C no solo foi predominante na fração macroagregados, enquanto que na área adjacente o carbono se localizou em maior quantidade na fração microagregados. Os valores de carbono pirogênico foram maiores na área de TPI do que na área adjacente, demonstrando que a matéria orgânica das TPIs apresenta uma composição diferenciada, modificando o comportamento das propriedades físicas dos solos.

Palavras-chave: Carbono pirogênico; Carvão; Agregação; Terra Preta de Índio; Propriedades físicas do solo; Estrutura do solo

ABSTRACT

Hydro-physical characterization and physical fractionation of organic matter in soil horizon with anthropic horizon

In recent years the interest in the study of Terra Preta de Indio or Amazonian Dark Earths (TPI) has increased, especially because of its unique characteristics when related to typical soils of the region, as its higher natural fertility. Several studies have reported that the presence of so-called pyrogenic carbon in its composition is responsible for this superiority, however it is not known if it affects the physical properties of TPI soils. This research aims to compare the behavior of physical and hydraulic properties of anthropic soils (Terra Preta de Indio) to an adjacent soil by determining its physical properties, and evaluating the distribution of the pyrogenic carbon between the different compartments of organic matter for both soils. For this study, undisturbed soil samples were collected in volumetric cylinders and blocks from a TPI and adjacent area. The areas are located in Caxiuanã National Forest, state of Pará, Brazil. The analyzed physical properties were texture, porosity, macro and microporosity, soil water retention curve, soil saturated hydraulic conductivity, soil permeability to air and aggregate stability. A physical fractionation was performed to verify the behavior of organic matter, which analyzed the distribution of the total and pyrogenic carbon in the different fractions of organic matter. There were difference in the two areas regarding the physical properties as total porosity, macro and microporosity, soil hydraulic conductivity (K_{sat}), air permeability to soil (K_a), and soil water retention, however it was not possible to see differences in stability aggregates between the two areas. The distribution of organic matter in different soil fractions was different in the two areas, where it was found that in the TPI area, soil carbon was prevalent in the macroaggregates fraction, while the adjacent area had larger amounts in the microaggregates fraction. The values for pyrogenic carbon were higher in the TPI area, showing that the organic matter of TPIs has a different composition which modifies the behavior of physical properties in the soil.

Keywords: Pyrogenic carbon; Charcoal; Aggregation; Amazonian Dark Earths; Soil physical properties; Soil structure

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a Região Amazônica tem sido o foco de diversas pesquisas nacionais e internacionais em virtude de sua relevância no contexto das mudanças climáticas, sua extensão territorial e diversidade da relação homem-natureza. Entre suas principais características estão o posto de maior floresta tropical do mundo com mais de 4 milhões de km², o que corresponde a cerca de 1/3 das reservas de florestas tropicais úmidas. Seu patrimônio mineral ainda não foi totalmente estimado, e calcula-se que detém um quinto das reservas mundiais de água doce.

Os solos da Região Amazônica geralmente se caracterizam por apresentar avançado processo de intemperização, acidez do solo elevada, baixa capacidade de troca de cátions e deficiência em macro e micronutrientes. Entretanto, em um ambiente onde solos ácidos e pobres em nutrientes dominam a paisagem, existem áreas onde as características originais do solo foram modificadas por acúmulo de resíduos produzidos por povos pré-colombianos, a denominada Terra Preta de Índio (TPI), Terra Preta ou Terra Preta Antrópica.

Segundo estudos arqueológicos a população pré-colombiana da Amazônia se desenvolveu de forma intensa entre os anos 1000 A.C. e 1000 D.C, fixando-se ao longo de áreas de várzeas e partes de terra firme, seguindo o curso dos principais rios (COSTA et al., 2003). Registros apontam que a partir do século 5 A.C. houve um grande aumento no desenvolvimento das TPIs (NEVES et al., 2003; SCHIMDT et al., 2014), sendo gradativamente interrompida após o contato com os europeus, devido ao desaparecimento dos povos indígenas (KERN; KÄMPF, 2005).

Apenas no final do século XX é que os solos antrópicos despertaram o interesse da comunidade científica, sendo objeto de pesquisas de diversas áreas do conhecimento, como a arqueologia, agronomia, geografia, geologia, geoquímica, geoarqueologia, antropologia, entre outros. Estudos recentes têm encontrado solos com características semelhantes à TPI fora do ambiente amazônico (FRASER et al., 2014), reforçando a necessidade de mais pesquisas sobre a ocorrência de solos antrópicos e o seu funcionamento.

Uma característica peculiar de solos com horizonte antrópico é a sua capacidade de manter níveis elevados de fertilidade do solo mesmo nas condições tropicais em que estão expostas ou que estão sob uso agrícola por vários anos seguidos. Dentre os fatores responsáveis por essa peculiaridade das TPI está a

maior quantidade e, principalmente, a composição da matéria orgânica, constituída em grande parte por carbono pirogênico, o qual é formado através da combustão incompleta do carvão utilizado pelos povos pré-colombianos para usos domésticos (MADARI et al., 2009).

O carbono pirogênico abrange a fração mais recalcitrante da matéria orgânica do solo, portanto mais resistente à degradação. Está presente em diversos ambientes naturais, como solos, sedimentos, água do mar e atmosfera (NOVOTNY et al., 2015). A dinâmica de nutrientes nas TPI pode ser significativamente influenciada pela maior quantidade de carbono pirogênico (GLASER et al., 2000). Além de melhorar a fertilidade, o carbono pirogênico apresenta longo tempo de residência no solo (GLASER et al., 2000), tornando-o um eficiente reservatório de C. Foi comprovado que as TPIs têm capacidade para estocar 3 vezes mais C, e que o carbono pirogênico compõe cerca de 20% da matéria orgânica do solo, contra 10% nos solos adjacentes (GLASER et al., 2004). Desta forma, as TPI podem ser consideradas como um modelo que alia agricultura sustentável com sequestro de C por um longo período de tempo, atuando como peça-chave no atual contexto das mudanças climáticas.

A matéria orgânica exerce papel fundamental nas propriedades químicas, físicas e biológicas do solo, principalmente em ecossistemas de clima tropical onde se torna a principal fonte de nutrientes para as plantas. A grande quantidade de cargas superficiais da matéria orgânica além de elevar a capacidade de troca de cátions do solo, no que se refere às propriedades físicas atua principalmente na formação de agregados e estrutura, e consequentemente na estabilidade de agregados, retenção e disponibilidade da água no solo.

Dentre os diversos estudos sobre solos antrópicos disponíveis na literatura, a maior parte se dedica às suas propriedades químicas e biológicas. No entanto, ainda são raros os estudos que abordem o comportamento físico do solo nestes ambientes, considerando a influência da matéria orgânica principalmente em relação à sua quantidade e composição, assim como sua interação com as partículas do solo.

A hipótese aqui proposta é que o comportamento físico do solo da Terra Preta de Índio se diferencia dos solos normalmente encontrados na região, e que isto se deve à influência do carbono pirogênico presente na matéria orgânica da Terra Preta de Índio, o que pode ser comprovado através da caracterização das suas

propriedades estruturais e físico-hídricas. Este trabalho teve como objetivo geral comparar o comportamento de propriedades físico-hídricas de solos antrópicos (Terra Preta de Índio) com um solo adjacente através da determinação de suas propriedades físicas, e verificar a distribuição do carbono pirogênico entre os diferentes compartimentos da matéria orgânica em solos de TPI e adjacentes.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Revisão Bibliográfica

2.1.1 Evolução das pesquisas sobre Terra Preta de Índio

Por muito tempo a Amazônia foi vista como um ambiente uniforme, com elevados índices de precipitação e presença predominante da floresta tropical densa, surgindo então a teoria de que a região seria um ambiente inóspito para o desenvolvimento de sociedades mais complexas pela limitação de acesso a recursos para sobrevivência (MEGGERS, 1954). Entretanto pesquisas apontam indícios de que o processo de povoamento da Amazônia ocorreu durante o médio Holoceno, assim como em outras regiões do globo (ROOSEVELT et al., 2014; CLEMENT et al., 2015).

Atualmente grande parte da comunidade científica concorda que a Amazônia foi ocupada por uma longa sequência de sociedades com diferentes níveis de magnitude e complexidade, impactando a paisagem de forma diversa (ROOSEVELT et al., 2014). Neste contexto estão inseridas as Terras Pretas de Índio (TPI), também conhecidas como “*Amazonian Dark Earths*”, um tipo de solo resultante da contínua presença de povos da floresta sobre o solo original. Datações de ^{14}C em TPIs na Amazônia Central registram um período entre 2500 a 500 AP (NEVES et al., 2003).

As primeiras descrições de solos com horizontes escuros com elevada alta fertilidade datam do fim do século XIX, porém somente a partir da década de 60 do século XX este tema ganha maior atenção dos pesquisadores. As primeiras explicações sobre a sua origem foi que ela teria sido originária de cinzas vulcânicas e sedimentação de antigos lagos formados pela inversão do sentido do curso dos rios após o soerguimento dos Andes, originando a teoria geogênica (natural) de formação das TPIs. Esta hipótese é rejeitada após estudos pedológicos mais detalhados detectarem a semelhança da composição mineralógica de solos antrópicos e solos adjacentes (GLASER; BIRK, 2012).

A partir do trabalho de Sombroek (1966) a teoria antropogênica de formação das TPIs ganha força, onde são separadas em duas categorias: 1) terra preta, que concentra maior quantidade de material lítico com coloração escura e elevada fertilidade, que seriam áreas de habitação dos povos pré-colombianos; e 2) terra mulata, de coloração menos escura (marrom escuro a claro), poucos vestígios de cerâmicas e menos férteis que as TPIs seriam produto de práticas de agricultura

intensiva e queima de resíduos com pouco oxigênio (WOODS; McCANN, 1999). Embora esta classificação ainda seja muito usada, estudos mostraram evidências de que o padrão de fertilidade em áreas de TPI ocorre em gradiente, passando de áreas mais férteis até menos férteis de acordo com o período de ocupação da área e se houve reocupação posterior da mesma área por outros povos (FRASER et al., 2011).

A hipótese mais aceita atualmente afirma que em áreas de habitação as TPIs se formaram ao longo do tempo devido à combinação de fatores como: 1) descarte e acúmulo de resíduos domésticos (restos orgânicos, como folhas de palmeiras e ervas daninhas, restos de peixe, ossos de mamíferos, artefatos líticos, cerâmica, carvão, etc.); 2) a forma de manejo, que consistia principalmente na queima, varrição e pilhagem dos resíduos (FRASER et al., 2011; SCHIMIDT et al., 2014); 3) e a sua decomposição, onde a evolução pedogênica e a interferência da ação humana, possibilitaram que solos pobres em nutrientes se tornassem férteis e produtivos (SOMBROEK, 1966; KERN; KÄMPF, 2005).

As TPIs se distribuem por toda a região amazônica brasileira, concentrando-se na parte central e região do Alto Xingu, além de áreas no Peru, Colômbia, Venezuela e Guianas (Figura 1). Normalmente se localizam nas áreas dos grandes interflúvios, áreas de terra firme, várzeas e margens de rios de águas brancas (Purus, Madeira, Solimões e Amazonas), águas claras (Tapajós e Trombetas), e rios de águas negras (Negro e Caxiuanã) (KERN; KÄMPF, 2005). Estima-se que sua extensão total alcance até 10% do território amazônico.

A extensão das áreas onde as TPIs são encontradas é bastante variável, com áreas de menos de 1 ha até 500 ha (WOODS; McCANN, 1999), entretanto mais de 80% dos sítios tem tamanho de 2 a 5 ha (KERN et al., 2003). São conhecidos na região de Caxiuanã cerca de 28 sítios de TPI, com extensão entre 0,01 a 4 ha (KERN, 1996; COSTA et al., 2003). Quanto à espessura do horizonte antrópico, este pode variar de 30 a 60 cm, com registros de perfis com até 2 metros de profundidade (KERN et al., 2003).

Figura 1 - Levantamento de sítios arqueológicos na região Amazônica (círculos pretos), onde as manchas em amarelo indicam regiões com alta concentração de solos com horizonte antrópico, e as manchas em vermelho indicam a presença de estruturas arqueológicas associadas a ocupação humana pretérita (geoglifos)

Fonte: Clement et al. (2015) modificado

As TPI da região amazônica ocorrem sobre uma grande variedade de classes de solo, principalmente em Latossolos, Argissolos, Plintossolos, Neossolos e Cambissolos, nestes correspondendo ao horizonte A antrópico, sendo que apresenta composição mineralógica semelhante aos solos adjacentes, o que comprova a sua origem antrópica (KERN et al., 2003). A elevada fertilidade química (altos teores de C orgânico, Ca, Mg, P e micronutrientes) e a sua permanência em níveis elevados mesmo após anos seguidos de exploração agrícola tem incentivado os pesquisadores a investigar a composição da matéria orgânica da Terra Preta de Índio, que é formada em grande parte por carbono pirogênico, uma forma de carbono altamente estável no solo, que faz com que as TPIs apresentem potencial estimado de estoque de C de até 3 vezes maior do que os solos de baixa fertilidade encontrados na região (GLASER et al., 2000; GLASER, 2007). Desta forma, estudos sobre a química, biologia e física das TPIs tem aumentado na busca de compreender o funcionamento de solos com horizonte antrópico.

2.1.2. Agregação e matéria orgânica do solo

A agregação influencia diversas propriedades físicas do solo, como a retenção de água, infiltração e porosidade. Os agregados são classificados de acordo com a sua classe de tamanho: macroagregados (2000-250 μ m) e microagregados (250-53 μ m). A matéria orgânica do solo (MOS) é protegida fisicamente no interior dos agregados, formando uma barreira entre os microorganismos e seus substratos (SIX et al., 2000).

A relação entre agregados e a dinâmica da matéria orgânica do solo tem sido explorada em diversos estudos (ELLIOTT, 1986; JASTROW, 1996; SIX et al., 1998). Tisdall e Oades (1982) desenvolveram um modelo conceitual chamado de hierarquia de agregados, no qual diz que partículas primárias e agregados de tamanho silte (<20 μ m) se unem formando microagregados (20–250 μ m) por meio de agentes persistentes de ligação, que incluem a matéria orgânica humificada, óxidos e aluminossilicatos. Estes microagregados estáveis por sua vez estão ligados em macroagregados (>250 μ m) por agentes temporários de ligação (hifas de fungos e raízes), e transitórios, compostos por polissacarídeos derivados de microrganismos e plantas (SIX et al., 2004).

De acordo com Six et al. (2004), o conceito de hierarquia de agregados proposto por Tisdall and Oades (1982) é provavelmente o avanço teórico mais significativo no entendimento das interações entre agregados e matéria orgânica do solo. A ruptura dos macroagregados resultaria na liberação de matéria orgânica lábil, tornando-a disponível para a decomposição pelos microrganismos. Uma elevada atividade microbiana consome a matéria orgânica, o que pode levar a menor formação de biomassa, menor produção de agentes de ligação derivados de microrganismos, e conseqüentemente, pode levar à menor agregação do solo (JASTROW, 1996; SIX et al., 1998).

Em um processo alternativo à hierarquia de agregados, Golchin et al. (1995) propõem um modelo que explica a formação de microagregados no interior de macroagregados. Segundo os autores, a entrada de material fresco no solo induz a formação de agregados devido o estímulo à produção de agentes de ligação microbianos. Durante a decomposição, fragmentos de plantas se incrustam com partículas de argila, que funcionariam como pontos de nucleação com produtos da atividade microbiana, para formar os microagregados. Com o passar do tempo, há

um consumo da matéria orgânica lábil, e com a diminuição da atividade microbiana, ocorre a liberação de mucilagens, provocando uma instabilidade nos microagregados. Após a ruptura do agregado, os minerais incrustados com produtos da decomposição microbiana são liberados, e formam complexos organo-minerais estáveis do tamanho silte e argila. Este modelo de agregação tem sido largamente utilizado para compreender a proteção física da matéria orgânica em agregados de solo (BRAIDA et al., 2011). Os microagregados são pouco alterados pelo uso e manejo do solo, sendo mais dependentes do tipo de solo, devido à estabilidade dos agentes orgânicos responsáveis pela sua permanência no solo (JASTROW; MILLER, 1998; SIX et al., 2000; BRAIDA et al., 2011).

A identificação da origem do material orgânico que originou a MOS fornece informações úteis para identificar o tipo de cobertura vegetal atual e pretérita de um determinado local. A determinação da composição isotópica do C permite avaliar mudanças no padrão fotossintético da vegetação de uma área (JASTROW; MILLER; BOUTTON, 1996). Plantas de ciclo fotossintético C_3 discriminam mais intensamente o isótopo ^{13}C do que plantas de ciclo C_4 , gerando diferentes valores de enriquecimento natural de ^{13}C para cada tipo de planta. A razão isotópica $^{13}C/^{12}C$ geralmente varia entre -28.00‰ para plantas de ciclo C_3 e -12.00‰ para plantas de ciclo C_4 . Os valores negativos indicam um déficit em comparação com a atmosfera ao redor. Esta diferença é mantida durante a decomposição, o que permite diferenciar a MOS originária de plantas de ciclo fotossintético C_3 das plantas de ciclo C_4 (JASTROW; MILLER, 1998).

2.1.3 Fracionamento físico da matéria orgânica do solo

Compreende-se por matéria orgânica do solo (MOS) todo o carbono orgânico presente no solo na forma de resíduos frescos ou em diversos estágios de decomposição, compostos humificados e materiais carbonizados, associados ou não à fração mineral (ROSCOE; MACHADO, 2002). A MOS compreende um conjunto extremamente diverso de materiais orgânicos em diferentes estágios de decomposição e funcionalidade no ambiente.

O fracionamento da matéria orgânica do solo tem como objetivo separar os compartimentos da MOS em frações homogêneas quanto à natureza, dinâmica e

função, porém ainda à natureza, dinâmica e função, mas ao mesmo suficientemente diferentes umas das outras (CHRISTENSEN, 2000; ROSCOE; MACHADO, 2002).

Os métodos de fracionamento físicos tem sido frequentemente empregados nos estudos de solos pela sua eficiência em isolar subfrações de solo que permitem avaliar a acessibilidade da MOS, e ainda a biodisponibilidade ou sequestro de nutrientes limitantes como o nitrogênio (VON LUTZOW et al., 2007). Os métodos físicos são considerados menos destrutivos e melhor relacionados com a função e estrutura da MOS, do que os métodos químicos (CHRISTENSEN, 1992, 2001). Os métodos podem ser densimétricos ou granulométricos, ou os dois métodos combinados. Assim, esta metodologia pode ser utilizada para estabelecer um paralelo entre a MOS e parâmetros físicos do solo, como a agregação e estabilidade de agregados (ROSCOE; MACHADO, 2002).

Na Figura 2 pode-se observar a gama de combinações e possibilidades para a análise do fracionamento físico do solo. Neste estudo será adotado o tipo FPTA (Fracionamento por tamanho de agregado), de acordo com a classificação feita por Moni et al. (2012). O fracionamento de agregados do solo é baseado na premissa de que a estrutura do solo exerce grande controle sobre a transformação da MOS através da proteção física. O objetivo do fracionamento de agregados é o isolamento de subunidades ecologicamente significativas da estrutura do solo, onde o tamanho dos agregados estão diretamente relacionados ao estado de decomposição do carbono orgânico (JOHN et al., 2005; BILLINGS, 2006).

Figura 2 - Fluxograma ilustrativo das diferenças metodológicas entre métodos de fracionamento do solo existentes. FPTP: fracionamento por tamanho das partículas; FPDP: fracionamento por densidade das partículas; FPTD: fracionamento das partículas por tamanho e densidade; FPTA: fracionamento por tamanho de agregado; FPDA: fracionamento por densidade dos agregados; FATD: fracionamento de agregados por tamanho e densidade

Adaptado de Moni et al. (2012)

2.2 Material e Métodos

2.2.1 Localização da área de estudo

A Floresta Nacional de Caxiuanã (FLONA Caxiuanã) está localizada a 400 km de distância a oeste de Belém, capital do estado do Pará, mais precisamente no interflúvio entre os rios Xingu e Tocantins (Figura 3). No interior da Flona está situada a Estação Científica Ferreira Pena (ECFPn), uma base de pesquisas científicas gerenciada pelo Museu Emílio Goeldi e Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade (ICMBio) no município de Melgaço, no Estado do Pará. Tem como principais atividades apoiar estudos científicos sobre a sócio biodiversidade da Amazônia, além de atividades de educação em ciências e educação ambiental.

Figura 3 - Localização espacial da área de estudo, o detalhe em vermelho indica a localização do perfil de Terra Preta e o solo adjacente

A FLONA Caxiuanã apresenta quatro tipos de vegetação: tipo Floresta Densa e baixos platôs (terra firme), ocupando 85% de sua área com a presença de cipós, epífitas (tipo de orquídeas) e plantas parasitas; a Floresta de Várzea que são áreas situadas às margens dos rios, lagos, igarapés e baías periodicamente inundáveis ocupa cerca de 10% da área, com presença significativa de palmeiras como açaí e outras espécies de valor comercial; a Floresta de igapós, que são permanentemente inundadas, com cobertura vegetal e baixa altitude; e os Campos Naturais, áreas desprovidas de florestas onde a vegetação predominante são as gramíneas.

O relevo predominante da área é o plano, tendo em alguns locais o relevo ondulado com altitude até 20 metros, acima do nível do mar. O clima da região de acordo com a classificação de Koppen é do tipo *Am*, que corresponde ao clima tropical quente e úmido com curta estação seca, entre os meses de agosto a novembro. A temperatura média do ar é de 26°C, com mínima de 22°C e máxima de 32°C (COSTA et al., 2003) e média anual de umidade relativa do ar em torno de 92%. A região de Caxiuanã apresenta elevada precipitação pluviométrica, atingindo a média anual de 2.500 mm.

A população local da Flona de Caxiuanã é composta por algumas famílias de pequenos agricultores, os quais tem como principais atividades a pesca e a agricultura de subsistência, com destaque para a cultura da mandioca (*Manihot esculenta Crantz*), uma atividade herdada de povos pré-coloniais horticultores e que persiste nos dias atuais (ROOSEVELT et al., 2014).

2.2.2 Descrição da área de estudo

Para a execução deste estudo buscou-se um local onde pudesse ser estudada uma mesma classe de solo, porém uma contendo Terra Preta de Índio (TPI) e outra análoga, no entanto sem a presença do horizonte antrópico, denominada de solo adjacente (Figura 4). Deste modo, foi selecionado para estudo o sítio arqueológico Mina II, localizado na porção norte da Estação (01°40'32"S, 51° 20' 04"O).

O solo das referidas áreas foi classificado de acordo com a carta de solos da Estação Científica Ferreira Penna (COSTA et al., 2005), onde a localização das áreas corresponde ao Plintossolo Argilúvico antropogênico sob floresta equatorial subperenifólia no caso da área com sítio de TPI, e Plintossolo Argilúvico Distrófico sob floresta equatorial subperenifólia (várzea), no caso da área adjacente. O sítio de Terra Preta está localizado em terra firme próximo às margens da baía de Caxiuanã com espessura do horizonte antrópico em torno de 40cm, enquanto que a área adjacente se encontra na parte interior da floresta, em uma cota mais baixa, já em área de várzea.

Figura 4 - (a) Mini-trincheira aberta para retirada de blocos de solo em caixas de Kubiena na área adjacente; (b) presença de restos de conchas e material cerâmico no horizonte antrópico; (c) perfil de TPI onde foram retirados os blocos de solo; (d) perfil da área adjacente

2.2.3 Amostragem de solo

A amostragem do solo foi realizada em cada uma das duas áreas selecionadas conforme o seguinte procedimento (Figura 5): foram coletadas 36 amostras de solo com estrutura preservada em anéis volumétricos (5 cm x 5 cm), ao longo de toda a extensão da área, na profundidade de 0-15 cm; dentro de cada área foram abertas 3 mini-trincheiras denominadas P1, P2 e P3 de onde foram retiradas 2 amostras com estrutura indeformada em formato de blocos (7 x 15 x 22 cm) nas profundidades 0-15 cm e 15-30 cm, utilizando-se caixas de ferro galvanizado para o acondicionamento das amostras. Para a realização das demais análises químicas e de fracionamento da matéria orgânica com dispersão de baixa energia foram coletadas amostras deformadas na profundidade 0-15 cm.

Figura 5 - Esquema representativo da amostragem realizada no sítio Mina II e na área adjacente das amostras. P1, P2 e P3 representam os pontos onde foram abertas mini-trincheiras para coleta de blocos de solo com estrutura preservada

As amostras em anéis volumétricos foram acondicionadas em embalagens próprias para transporte e mantidas em temperatura em torno de 5°C até serem processadas. As amostras coletadas em blocos indeformados foram colocadas em bandejas com uma lâmina de água de aproximadamente 1 cm de altura com o objetivo de iniciar o umedecimento do solo por capilaridade, seguindo-se a obtenção dos agregados de solo por separação manual nas linhas de fraqueza naturais.

2.2.4 Análises físicas

2.2.4.1 Distribuição de partículas do solo

Para a determinação da granulometria do solo foi utilizado o método da pipeta modificado (SOIL SURVEY METHODS MANUAL, 1992). O dispersante utilizado foi o hidróxido de sódio (NaOH), na concentração de 10 mmol L⁻¹ (LEÃO et al., 2013). Obteve-se uma alíquota da suspensão para determinação da fração argila, enquanto que a fração areia foi determinada por tamisação. A fração silte foi calculada por diferença entre as frações argila e areia.

2.2.4.2 Densidade do solo, densidade de partículas, macro e microporosidade, porosidade total, capacidade de campo

Para o cálculo da densidade do solo (Ds), os anéis volumétricos foram levados para secar em estufa a 105°C por 24 horas, e a densidade do solo foi calculada através da Equação 1:

$$D_s = \frac{M_{ss}}{V} \quad (1)$$

Onde Ds é a densidade do solo (Mg m⁻³), Mss é a massa do solo seca a 105°C (Mg), e V é o volume do anel volumétrico (m³). A densidade de partículas foi obtida utilizando-se o picnômetro de gás hélio, modelo ACCUPYC 1330 (MicroMeritics Instrument Corporation®).

A porosidade total do solo (Pt) foi calculada utilizando a densidade de partículas (Dp) e a densidade do solo (Ds), conforme a seguinte fórmula:

$$P_t = 1 - \left(\frac{D_s}{D_p} \right) \quad (2)$$

A microporosidade (MIC) foi estimada como o volume do conteúdo de água no solo no potencial de -6 kPa. A macroporosidade (MAC) foi calculada pela diferença a porosidade total e a MIC.

$$\text{Macroporosidade} = P_t - \theta_{6\text{kPa}} \quad (3)$$

Onde a macroporosidade ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$); P_t é a porosidade total do solo ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$); $\theta_{6\text{kPa}}$ é a umidade do solo no potencial de -6 kPa ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$). A capacidade de campo do solo corresponde a umidade volumétrica no potencial de -10 kPa.

2.2.4.3 Permeabilidade do solo ao ar (K_a)

Após entrarem em equilíbrio, as amostras foram pesadas para o cálculo da umidade volumétrica no potencial de -10 kPa, e então foi feita a determinação da permeabilidade do solo ao ar utilizando um permeâmetro de carga constante de ar (FIGUEIREDO, 2010) construído conforme metodologia descrita por Ball e Schjønning (2002). A amostra em anel volumétrico tem as suas extremidades livres para a circulação de gases, a qual foi submetida às vazões de 4 e 8 mL min^{-1} de ar, que fluíam sucessivamente para dentro da amostra. Um manômetro de pressão diferencial registrava a diferença entre as pressões de entrada e saída da amostra de solo, cujo valor se altera conforme o conteúdo de água e estrutura do solo. A Eq. 4 foi utilizada para estimar a K_a :

$$K_a = \frac{Q\eta H}{A(P_i - P_o)} \quad (4)$$

Onde K_a = permeabilidade do solo ao ar [L^2], Q = fluxo do volume de ar [L^3T^{-1}], η = a viscosidade do ar [$\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}$] ($18,1 \times 10^{-6} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$ a 20°C), H = comprimento da amostra (L), A = área da seção transversal da amostra (L^2), e P_i e P_o = pressões de entrada e saída de ar da amostra [$\text{ML}^{-1}\text{T}^{-2}$].

2.2.4.4 Condutividade hidráulica do solo (K_{sat})

A condutividade hidráulica do solo (K_{sat}) foi determinada utilizando o método da carga decrescente (REYNOLDS; ELRICK, 2002). Após as amostras com estrutura indeformada serem saturadas, um anel volumétrico de mesmo diâmetro sem solo foi anexado ao anel com a amostra, e então um medidor que contém duas extremidades com alturas diferentes (h_0 e h_1) foi colocado na superfície da amostra. Em seguida o conjunto amostra mais anel volumétrico

vazio foi totalmente preenchido com água até a borda, onde o orifício na parte inferior do recipiente foi aberto para o escoamento da água, gerando um fluxo hidráulico através da amostra de solo. A K_{sat} do solo é calculada considerando o deslocamento de altura L , dentro do tempo t , o que corresponde a uma diferença de altura entre as extremidades h_0 e h_1 , de acordo com a Eq. 5:

$$K_{sat} = \left(\frac{L}{t}\right) \times \ln\left(\frac{h_0}{h_1}\right) \quad (5)$$

Onde L , h_0 e h_1 são alturas dadas em milímetros (mm), t é o tempo medido em horas (h), e K_{sat} é a condutividade hidráulica do solo em mm h^{-1} .

2.2.4.5 Curva de retenção da água no solo

Para se obter a curva de retenção de água no solo (CRA) as amostras em anéis volumétricos foram colocadas em bandejas com água primeiramente até 1/3 da altura dos anéis, depois até a metade e por fim até próximo da borda dos anéis para promover um preenchimento gradual e completo dos poros por capilaridade. As amostras foram então submetidas aos seguintes potenciais (kPa): -1, -2, -3, -4, -5, -6, -7, -8, -9 e -10 kPa em mesas de tensão; os potenciais de -100, -500 e -1500 kPa foram obtidos a partir de amostras deformadas de solo com diâmetro de 2 mm, as quais foram dispostas dentro anéis de PVC em placas porosas conforme descrito em Klute (1986).

Ao final do processo para a construção da CRA, os dados coletados foram ajustados à equação de van Genuchten (1980) para obtenção dos parâmetros de ajuste da curva θ_s , θ_r , α , e n de acordo com a Eq. 6:

$$\theta = \theta_r + \frac{\theta_r - \theta_s}{[1 + (\alpha|\psi|)^n]^m} \quad (6)$$

Onde θ é a umidade volumétrica do solo ($\text{cm}^3 \text{ cm}^{-3}$), θ_r é a umidade volumétrica residual do solo ($\text{cm}^3 \text{ cm}^{-3}$), θ_{sat} é a umidade de saturação ($\text{cm}^3 \text{ cm}^{-3}$), $|\psi|$ é o potencial matricial (kPa) adotando-se a restrição de Mualem (1976) ($m = 1 - (1/n)$; α (hPa^{-1})) e n são parâmetros empíricos do modelo. O ajuste das curvas de retenção foi feito utilizando a função `fitsoilwater()` do pacote `soilphysics` do software R (R CORE TEAM, 2016).

2.2.4.6 Estabilidade de agregados pelo método HEMC (*“High-Energy Moisture Characteristic”*)

A estabilidade de agregados do solo foi avaliada segundo o método das curvas características de umidade em alta energia ou *“high-energy moisture characteristic”* (HEMC), conforme descrito por Pierson e Mulla (1989). Esta metodologia apresenta como vantagem principal frente aos métodos convencionais a utilização de um processo de umedecimento controlado, onde a energia de hidratação e o ar aprisionado são os únicos fatores responsáveis pela ruptura dos agregados. Um índice de estabilidade de agregados é calculado através da quantificação de mudanças na distribuição do tamanho de poros após os processos de umedecimento rápido e lento dos agregados (LEVY; MAMEDOV, 2002; SILVA et al., 2014).

O modelo do equipamento utilizado foi adaptado de Avanzi et al. (2011), e a sua montagem e calibração foram desenvolvidas no laboratório de Física do Solo-Esalq/USP. Sua composição consiste um painel de chapa metálica com duas réguas graduadas acopladas, sendo então afixados dois funis de Büchner, nos quais foram ligadas duas pipetas volumétricas através de duas colunas de água, inserida no sistema através de uma bomba peristáltica, permitindo assim o controle da velocidade de umedecimento dos agregados (Figura 6).

Figura 6 - Representação do equipamento desenvolvido no laboratório de Física do Solo Esalq/USP para determinação da curva característica em alta umidade (HEMC)

A metodologia HEMC está descrita em Levy e Mamedov (2002), e as seguintes etapas foram seguidas: para cada par de ciclo de umedecimento, foram saturados 15 g de agregados secos de 1 mm de diâmetro. Nos funis, a massa de agregados foi disposta sobre a placa porosa, onde foi efetuada a saturação das mesmas através de bombeamento, até que os agregados fossem cobertos por uma fina lâmina de água. Foram aplicadas duas velocidades de umedecimento: lenta (2 mm h^{-1}) e rápida (100 mm h^{-1}). A tensão de 0,1 kPa foi então aplicada às amostras, e com os valores de umidade obtidos em cada tensão foram geradas curvas para cada velocidade de umedecimento. Foi registrado o volume de água drenado dos agregados em cada potencial, após um período de equilíbrio de dois minutos, sendo então calculado o conteúdo de água dos agregados em cada potencial. Foram

efetuadas leituras a cada 1 cm até -2kPa, e a cada 2 cm até -4kPa, obtendo-se uma curva de umidade característica ($M = f(\Psi)$) com 30 valores de umidade e tensão (Figura 3a).

Para o cálculo do volume de poros drenáveis (VPD) e a sucção modal (SM), as curvas de umidade dos agregados foram ajustadas de acordo com o modelo de Van Genuchten modificado por Pierson e Mulla (1989), descrita na Eq. 7:

$$\theta = \theta_r + (\theta_s - \theta_r) [1 + (\alpha\psi)^n]^{1/n-1} + A\psi^2 + B\psi + C \quad (7)$$

Onde θ_r e θ_s são o pseudo conteúdo gravimétrico de água residual e saturado, respectivamente; α e n são parâmetros empíricos que controlam a localização e a declividade, respectivamente, do formato da inflexão S da curva característica de umidade; A , B e C são os termos quadráticos adicionados por Pierson e Mulla (1989) para melhorar o ajuste do modelo à curva característica de umidade.

A curva de capacidade específica da água ($d\theta/d\psi$), necessária para a obtenção do valor da sucção modal, foi calculada diferenciando a Eq. 7 em relação ao potencial mátrico, com a forma explicitada:

$$\frac{d\theta}{d\psi} = (\theta_s - \theta_r) [1 + (\alpha\psi)^n]^{1/n-1} \times \left(\frac{1}{n} - 1 \right) (\alpha\psi)^n \quad (8)$$

$$(n/\{\psi[1+\alpha\psi^n]\}) + 2A\psi + B$$

O volume de poros drenáveis (VPD), ou seja, a área sob a curva de capacidade específica de água e acima da linha de contração do solo (Fig. 3b), foi calculada pela subtração dos termos para contração de poros ($2A\psi + B$) da Eq. 8 e analiticamente integrando o restante desta equação. A SM é o valor de potencial no ponto máximo da curva característica de umidade (Figura 7b).

Figura 7 - (a) Representação esquemática da curva de umidade e (b) curvas de capacidade específica da água para taxas de umedecimento rápido e lento. A linha tracejada abaixo das curvas representa a linha de contração do solo para o umedecimento rápido

Adaptado de De-Campos et al. (2009)

O índice estrutural do solo (IE) para cada velocidade de umedecimento é calculado de acordo com a equação 3, proposto por Collis-George e Figueroa (1984):

$$IE = \frac{VDP}{SM} \quad (9)$$

Onde VDP é o volume de poros drenáveis e SM é a sucção modal. Em seguida é calculado a razão de estabilidade de agregados (REA) segundo Pierson e Mulla (1989) utilizando a equação 10:

$$REA = \frac{IE_{rápida}}{IE_{lenta}} \quad (10)$$

O valor de REA expressa a resistência à ruptura dos agregados em uma escala de 0 a 1. Uma vez que REA resulta em um valor adimensional, amostras de diferentes classes de tamanho e tipos de solo podem ser comparadas se as taxas de umedecimento aplicadas forem idênticas (PIERSON; MULLA, 1989; AVANZI et al., 2011).

2.2.5 Análise química para caracterização da fertilidade

As análises químicas foram realizadas a partir das amostras deformadas coletadas em campo, após serem destorroadas, secas em temperatura ambiente e passadas por peneira de 2 mm para obtenção da TFSA (Terra Fina Seca ao Ar). Os valores de pH em água foram obtidos através da medição da concentração de íons H^+ em solução solo/água na proporção de 1:2,5. Seguindo a metodologia proposta por Raij et al. (2001), os macronutrientes Fósforo (P), Potássio (K), Cálcio (Ca) e Magnésio (Mg) foram extraídos pelo método da resina de troca iônica; a acidez ativa foi encontrada através dos valores de pH em cloreto de cálcio ($CaCl_2$); a acidez total ($H+Al$) foi encontrada pelo método do Tampão SMP; a acidez trocável (Al^{3+}) foi extraída com solução de KCl. A soma de bases (SB), capacidade de troca de cátions (CTC), saturação por bases (V%) e saturação por alumínio (m%) foram calculados segundo Raij et al (2001). As propriedades químicas das áreas de TPI e adjacente se encontram na Tabela 1:

Tabela 1 - Caracterização química dos horizontes de Terra Preta de Índio e área adjacente na Flona de Caxiuanã/PA (n =36)

Área	pH _{água}	pH _{CaCl₂}	P mg dm ⁻³	K	Ca	Mg	Al	H+Al	SB	CTC _{pH7}	CTC _{ef}	m	V
													%
TPI	5,5	4,9	213	0,08	3,4	0,3	0,05	5	3,7	8,6	3,7	2	42
AD	4,2	3,8	7	0,09	0,5	0,1	1,7	7	0,6	7,6	2,3	71	9

2.2.6 Fracionamento Físico da Matéria Orgânica do Solo

Amostras de Terra Preta de Índio e da área adjacente foram fracionadas em 3 classes de agregados estáveis em água através de forças de ruptura em peneiramento úmido, segundo metodologia adaptada de Elliott (1986) e Six et al. (2000). Para cada área, amostras de 20g de TFSA foram dispostas na superfície de uma peneira de abertura 250 μm e imersas em água deionizada por 5 minutos. O resíduo vegetal sobrenadante (restos orgânicos e pedaços de raízes) foram retirados e transferidos para uma cápsula de peso conhecido para registro da fração orgânica (FO). Após 5 minutos, foi realizado o peneiramento manual por 2 minutos, com aproximadamente 50 repetições. A fração que permaneceu na peneira de 250 μm

(macroagregados - MAC) foi seca em estufa a 60°C e transferida para uma cápsula de peso conhecido. A fração de solo < 250 µm mais água foi passada por peneira de abertura 53 µm e o processo de peneiramento foi repetido, obtendo-se a fração microagregados (MIC). A água e a fração do solo que passou pelo segundo peneiramento é a fração silte + argila (S+A), sendo que esta foi separada da água através de filtração usando um filtro de membrana com abertura de 0,2 µm e uma linha de vácuo.

O resíduo vegetal e as frações de agregados obtidas foram secas em estufa a 60°C, pesadas e finamente moídas em moinho de bola. Foram retiradas 10 a 20mg das frações obtidas para determinação da concentração de C por combustão seca, acoplado a cromatógrafo gasoso.

2.2.7 Determinação isotópica de $\delta^{13}\text{C}$

Após a homogeneização das frações em almofariz de ágata, aproximadamente 1 mg da fração foi pesada em cápsula de estanho. Em seguida foram analisadas em analisador elementar acoplado a um espectrômetro de massa para razões isotópicas (Delta Plus, Thermo Quest – Finnigan). A abundância natural de ^{13}C e ^{15}N é expresso em unidade δ (‰), em relação ao padrão internacional PDB através da equação 11:

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{amostra}} (\text{‰}) = \left[\frac{R_{\text{amostra}} - R_{\text{PDB}}}{R_{\text{PDB}}} \right] \times 1000 \quad (11)$$

Onde R_{amostra} é a razão isotópica $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ da amostra e $R_{\text{padrão}}$ é a razão isotópica $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ do padrão. O padrão é a rocha calcária da Formação Pee Dee Belemite - PDB.

A composição isotópica do C nas frações obtidas pelo fracionamento físico por tamanho de agregados foi determinada por cromatógrafo de gás acoplado com espectrômetro de massa de relação isotópica de fluxo contínuo, modelo ANCA-SL 2020 Europa Scientific®. As amostras foram calibradas segundo o padrão Pee Dee Belemite.

2.2.8 Determinação do Carbono Pirogênico

A determinação do carbono pirogênico na forma de carvão nas frações do solo foi realizada utilizando o método de oxidação química segundo Kurth et al. (2006). O princípio da metodologia consiste na premissa que a oxidação do solo com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido nítrico (HNO_3) em baixa concentração todas as formas de C são consumidas, restando somente o carbono pirogênico presente na amostra.

Foi pesado cerca de 1g de cada fração do solo finamente moída a $0,76\ \mu m$, e em um frasco adicionou-se 20 mL de H_2O_2 30% e 10 ml de HNO_3 1M. Os frascos eram ocasionalmente agitados em temperatura ambiente por um período de 30 minutos, e então foram aquecidos a $100^\circ C$ em uma chapa aquecedora por 16 horas. Durante este período as amostras eram agitadas e foi observada se ocorria efervescência. Após o término do processo de digestão (ausência de efervescência), as amostras foram filtradas em papel de filtro Whatman nº 2, secas e colocadas em dessecador até esfriar completamente. Em seguida, os papéis de filtro com o produto da digestão foram pesados e homogeneizados em almofariz para determinação do C total por combustão seca. O C total medido após a digestão foi reportado como sendo o C total derivado de carvão, assumindo que todas as demais formas de C foram consumidas durante o processo de digestão.

2.2.9 Forma de análise dos resultados

As propriedades físicas, teores e estoques de C, e teor de carbono pirogênico dos diferentes métodos de fracionamento da MOS nas áreas de Terra Preta de Índio e área adjacente foram submetidas à análise de variância (ANOVA), e em seguida as médias foram comparadas pelo teste Tukey a 5% de probabilidade. Para o ajuste das curvas HEMC e cálculo dos índices de estabilidade de agregados do solo foi utilizada a função `fitsoilwater5()` do pacote `soilphysics` versão 3.0 (DA SILVA; LIMA, 2015; DE LIMA et al., 2016) do software R. Foi aplicado o teste de Levene para testar a homogeneidade de variâncias e o teste de Shapiro-Wilk para analisar a normalidade da distribuição dos resíduos.

Todas as análises (exploratória e teste de médias) foram realizadas utilizando o software R versão 3.2.4 (R CORE TEAM, 2016).

2.3 Resultados e Discussão

2.3.1 Caracterização das propriedades físicas do solo

A distribuição de partículas do solo nas áreas de Terra Preta de Índio e na área adjacente podem ser visualizados na Figura 8. Na área de TPI verifica-se o predomínio da fração areia, em proporção 2 vezes maior em relação à área adjacente, seguida da fração silte e argila em menor quantidade, classe franco-arenoso. Entretanto na área adjacente observa-se que a fração predominante é a fração silte, seguida da fração areia e argila, classe franco-siltoso. A quantidade de argila nas duas áreas é similar (118 g kg^{-1} na área de TPI e 160 g kg^{-1} na área adjacente). A alta variabilidade textural dificulta que as TPIs sejam caracterizadas como uma classe de solo (TEIXEIRA et al., 2009).

Figura 8 - Distribuição das partículas do solo no sítio de Terra Preta de Índio (TPI) e na área adjacente (AD) em Caxiuanã/PA

As TPIs se caracterizam por apresentar textura mais arenosa no horizonte antrópico em relação ao horizonte anterior à interferência antrópica, fenômeno provavelmente relacionado à disponibilidade de resíduos orgânicos juntamente com a queima intensiva (TEIXEIRA; MARTINS, 2003; TEIXEIRA et al., 2009). Estudos mostram que práticas sucessivas de queimadas favorecem a formação de

complexos organo-minerais estáveis de tamanho equivalente à fração areia (KETTERINGS; BIGHAM; LAPERCHE, 2000; TEIXEIRA; MARTINS, 2003), aliada à destruição das partículas de argila e sua posterior reagrupação em partículas maiores, de tamanho equivalente ao silte grosso, incrementando o valor desta fração no solo (ULERY; GRAHAM, 1993; KETTERINGS; BIGHAM; LAPERCHE, 2000; ARE et al., 2009).

A metodologia de análise granulométrica do solo recomenda a aplicação de pré-tratamento para remoção da matéria orgânica antes da amostra ser submetida à dispersão química e mecânica (GEE; OR, 2002), porém este procedimento parece ter baixa eficiência em solos de TPI, pois em experimento realizado por Teixeira et al. (2009) verificou-se a presença de carvão e pequenos microagregados mesmo após a dispersão química e mecânica, o que sugere a necessidade de desenvolvimento de métodos mais eficazes de remoção da matéria orgânica em solos de TPI.

Na área adjacente a maior quantidade de silte em comparação com a área de TPI, pode estar relacionada à sua posição inferior na paisagem, onde está sujeita aos efeitos temporários do excesso de umidade pelo menos durante uma parte do ano, aliado à sedimentação fluvial e um menor grau de pedogênese em comparação com os solos de terra firme (COSTA et al., 2005), o que foi confirmado pela presença de plintita na profundidade de 50 cm no perfil.

A análise descritiva das propriedades estáticas (PT, MAC, MIC, θ_{cc} e D_s) e dinâmicas (K_{sat} e K_{ar}) do solo estão na Tabela 2. De forma geral as propriedades físicas do solo apresentaram baixo coeficiente de variação ($CV < 12\%$) de acordo com Warrick e Nielsen (1980), com exceção da macroporosidade que apresentou média variabilidade, e permeabilidade do solo ao ar e condutividade hidráulica do solo, que apresentaram alta variabilidade no solo ($CV > 60\%$).

A porosidade total foi significativamente maior na área adjacente ($0,59 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-3}$) em relação à área de Terra Preta ($0,57 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-3}$) (Figura 9), o que pode ser explicado pela maior quantidade de silte que favorece a maior microporosidade, incrementando o volume de poros total, além dos baixos valores de densidade do solo. Os resultados encontrados concordam com os encontrados para TPIs no sul da Amazônia (SANTOS et al., 2013), e maiores do que os relatados por Barros et al. (2012) na região de Caxiuanã, e por Neves Junior (2008), em Latossolo e Argissolo com horizonte antrópico na Amazônia Ocidental.

Figura 9 - Média dos valores de porosidade total, macro e microporosidade do solo para as áreas estudadas. Valores seguidos por letras diferentes indicam diferenças significativas entre os horizontes dos solos pelo teste Tukey ($p < 0,05$). Barras verticais indicam o erro padrão da média

O valor de macroporosidade foi significativamente maior na área de TPI em relação à área adjacente, mesmo comportamento encontrado por Glaser et al. (2004), que encontraram valores de macroporosidade de 0,18 a 0,32 $\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$ nas áreas de TPI e 0,13 a 0,21 $\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$ para a área adjacente (BARROS et al., 2012) encontraram valor de macroporosidade de TPIs em Caxiuanã de 0,19 $\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$. Outros estudos encontraram resultados de macroporosidade mais elevados (NEVES JUNIOR, 2008). A microporosidade do solo foi maior nas duas áreas em relação à macroporosidade, sendo significativamente maior na área adjacente em relação à TPI, o que indica a elevada capacidade de retenção de água em ambas as áreas.

Considerando somente a textura do solo, seria esperado que a área de TPI apresentasse valores de macroporosidade maiores do que microporosidade, devido a predominância da fração areia neste solo, ainda mais sendo o valor de densidade do solo estatisticamente igual à da área adjacente.

Tabela 2 - Resumo de parâmetros estatísticos das propriedades físicas do solo nas áreas estudadas na Floresta Nacional de Caxiuanã/PA. (n = 36)

Propriedade (a)	Min	Máx	Mediana	Média ^(b)	DP	CV
Terra Preta de Índio						
PT	0,53	0,63	0,58	0,57b	0,02	4,14
MAC	0,15	0,31	0,22	0,21a	0,03	16,4
MIC	0,31	0,40	0,35	0,36b	0,02	5,56
θ_{cc}	0,29	0,36	0,32	0,31b	0,01	6,09
Ds	0,95	1,21	1,09	1,09a	0,06	5,65
K _{sat}	39,07	898,5	369,2	418,40a	255,0	60,9
K _a	1,15	10,09	3,93	4,24a	2,22	52,4
Área adjacente						
PT	0,55	0,66	0,59	0,59a	0,02	5,04
MAC	0,09	0,26	0,18	0,17b	0,04	24,1
MIC	0,38	0,46	0,41	0,41a	0,01	3,98
θ_{cc}	0,35	0,41	0,37	0,37a	0,01	4,14
Ds	0,91	1,20	1,09	1,07a	0,07	7,35
K _{sat}	7,33	989,2	202,9	272,25b	285,5	104,8
K _a	0,14	31,9	1,87	4,83b	6,65	137,47

(a) PT: Porosidade total do solo ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$); MAC: macroporosidade do solo; MIC: microporosidade do solo; θ_{cc} : teor de água no solo ($\text{m}^3 \text{ m}^{-3}$) na capacidade de campo correspondente ao potencial de -10 kPa; K_{sat}: condutividade hidráulica saturada (mm h^{-1}); K_a: permeabilidade do solo ao ar (μm^2); Min: mínimo valor; Max: máximo valor; DP: desvio-padrão da média; CV: coeficiente de variação (%). (b) Médias seguidas de letras diferentes são distintas entre si pelo teste Tukey ($p < 0,05$). Para o teste de médias de K_{sat} e K_a foi realizada a transformação logarítmica dos dados

Diversos estudos atestam a elevada CTC em TPIs (CAMPOS et al., 2011), devido a sua maior quantidade de matéria orgânica, que, sendo composta em grande parte por carbono pirogênico, modifica a estrutura do solo e propriedades de adsorção, como a retenção de água. O carbono pirogênico presente nas TPIs tem elevada área superficial específica, o que favorece um maior número de ligações entre as partículas minerais (complexos organo-minerais), aumentando assim a força com que a água fica retida no solo, especialmente em solos de textura arenosa (GLASER et al., 2002). Em relação ao comportamento hídrico, verifica-se então que a TPI apresenta a vantagem de ao mesmo tempo em que se comporta como um solo de textura bem mais fina em relação à retenção de água, também apresenta maior infiltração, característica dos solos de textura arenosa.

O conteúdo de água na capacidade de campo (θ_{cc}), que corresponde ao limite superior de armazenamento de água no solo, foi significativamente menor na Terra Preta do que na área adjacente (Tabela 2). Neves Junior (2008), encontrou valores semelhantes de θ_{cc} em áreas de TPI. O resultado encontrado neste estudo pode ser atribuído a maior microporosidade da área adjacente, responsável por promover maior retenção de água em potenciais mátricos mais elevados. Glaser, Guggenberger e Wolfgang (2004) verificaram que solos com horizonte antrópico ricos em carbono pirogênico tinham área superficial 3 vezes maior do que os solos adjacentes, o que incrementou a capacidade de campo em 18%. A drenagem no ponto da θ_{cc} está relacionada à porosidade estrutural do solo, que é aquela influenciada pela presença de bioporos e microfissuras, o que significa que o solo possui uma boa qualidade estrutural (DEXTER, 2004).

Apesar das TPIs apresentarem propriedades químicas muito superiores às encontradas nas áreas adjacentes, nem sempre isso se confirma em relação às propriedades físicas. As duas áreas estão sob a mesma cobertura vegetal (floresta secundária), ambiente onde geralmente os solos apresentam condições físicas adequadas ao desenvolvimento das plantas.

A literatura mostra resultados contraditórios quanto aos efeitos da matéria orgânica na retenção de água. Hudson (1994) estudando solos de diferentes classes texturais (arenosa, franco-siltosa e franco-argilo-siltosa) observou que com o aumento do conteúdo de carbono orgânico o volume de água retido na capacidade de campo aumentou em maior proporção do que no ponto de murcha permanente. Rawls et al. (2003) verificou que a relação entre retenção de água e conteúdo de carbono orgânico é influenciada pela composição granulométrica do solo, e que a capacidade de campo é mais afetada pelo teor de matéria orgânica do que o ponto de murcha permanente.

Os valores de densidade do solo na TPI variaram entre 0,95 até 1,21 g cm⁻³, enquanto que na área adjacente a densidade do solo esteve dentro da faixa 0,91 a 1,20 g cm⁻³, com médias estatisticamente iguais nas duas áreas. (BARROS et al., 2012) encontraram valores de D_s maiores em na mesma área de estudo. Os baixos coeficientes de variação de ambas as áreas (5,6% em TPI e 7,3% em AD) confirmam que a densidade do solo apresenta baixa variabilidade (WARRICK; NIELSEN, 1980). É comum encontrar uma ampla faixa de valores de densidade do solo em TPI, onde áreas de maior densidade correspondem aos locais de maior

pisoteio devido à ocupação pretérita de povos pré-colombianos (KERN; KÄMPF, 1989). Os baixos valores de densidade encontrados podem estar relacionados ao alto conteúdo de matéria orgânica nas áreas de TPI, cuja elevada quantidade no solo contribuiria para a redução da compactação.

O comportamento linear da macroporosidade do solo em relação à densidade do solo na área de TPI e adjacente pode ser visualizada na Figura 10. Verifica-se que em um mesmo valor de densidade do solo a TPI apresenta maiores valores de macroporosidade do solo do que a área adjacente. A matéria orgânica interfere no comportamento físico do solo por seus efeitos sobre a agregação e consistência do solo, atuando na formação de agregados e, portanto, na distribuição do tamanho de poros (BRAIDA et al., 2011). Os macroporos são formados pela ação da atividade biológica (HILLEL, 1998) e são responsáveis pela condução de oxigênio e água através do perfil do solo.

Figura 10 - Relação entre a macroporosidade do solo com os respectivos valores de densidade do solo (D_s) nas áreas de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD)

A eficiência de transmissão de água através dos poros, expressa pela condutividade hidráulica do solo (K_{sat}) foi estatisticamente superior na área de TPI do que na área adjacente, ainda que altos valores tenham sido registrados em ambas as áreas (Tabela 2). Neves Junior (2008) encontrou menor amplitude de valores de K_{sat} em áreas de TPI em Latossolo e Argissolo. A K_{sat} nas duas áreas apresentou distribuição log-normal (Figura 11), com amplitude dos dados muito alta, sendo observado no horizonte das TPI valores de 39 a 898 mm h^{-1} e na área

adjacente 7,3 a 989 mm h⁻¹, o que refletiu em altos coeficientes de variação, indicando elevada dispersão dos dados.

Figura 11 - Curva de frequência de distribuição log-normal da condutividade hidráulica (logKsat) nos horizontes da área de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD)

A Ksat é uma propriedade dependente de outras variáveis como a densidade do solo, a porosidade total, a macroporosidade, microporosidade (MESQUITA; MORAES; CORRENTE, 2003), sendo assim o CV reflete a complexidade desta variável do solo. Os valores de Ksat em ambas as áreas estão acima do limite superior para uma rápida infiltração (REYNOLDS et al., 2003), o que poderia provocar a drenagem excessiva, dificultando a retenção de água em quantidade satisfatória às plantas. Considerando a elevada pluviosidade da região de Caxiuanã, pode-se perceber a importância da Ksat na redução do acúmulo de água em superfície, diminuindo o risco de escoamento superficial e erosão do solo.

Levando em consideração a alta dispersão dos dados de K_{sat} encontrados, observa-se que a macroporosidade do solo nas áreas TPI e adjacente apresentaram relação linear positiva com a condutividade hidráulica do solo, como pode-se observar na Figura 12. Nota-se que apesar da média de Ksat ter sido maior para a área de TPI, quando se analisa o comportamento da reta com todo o conjunto de dados observa-se que a área adjacente apresentou uma pequena vantagem na Ksat em relação à TPI, ao longo de um mesmo intervalo de macroporosidade. Os valores

de K_{sat} apresentaram uma grande amplitude, evidenciando que a geometria dos poros do solo e sua tortuosidade influenciam os valores de K_{sat} (HILLEL, 1998).

Figura 12 - Relação entre a condutividade hidráulica do solo (K_{sat}) com os respectivos valores de macroporosidade nas áreas de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD)

Os valores de permeabilidade do solo ao ar foram transformados para a forma logarítmica (Figura 13), pois o teste de Shapiro-Wilk indicou que os dados não apresentavam comportamento normal. A permeabilidade intrínseca do solo ao ar (K_a) apresentou comportamento semelhante ao da K_{sat} , com elevados valores de coeficiente de variação (52% em TPI e 137% em AD). A K_a avalia a resistência do solo à passagem do ar, podendo ser considerada como um indicador da conectividade do sistema poroso do solo. Embora a K_a apresente elevada variabilidade espacial no campo, de acordo com o teste de Tukey a média de K_a para a área de TPI foi estatisticamente maior do que na área adjacente, demonstrando sua melhor qualidade estrutural. A permeabilidade ao ar tem sido estudada em solos sob pastagem (SILVA et al., 2009) e sistema plantio direto (CAVALIERI et al., 2009; SILVA et al., 2009; RODRIGUES et al., 2011; GUEDES FILHO et al., 2015), porém ainda são escassas as informações sobre valores de K_a em sistemas florestais. A K_a é uma variável muito sensível a mudanças de estrutura do solo, como a distribuição do tamanho, quantidade, tortuosidade e forma dos

poros (ROSEBERG; McCOY, 1990), além de ser utilizada para estimar propriedades físicas importantes como a K_{sat} (IVERSEN et al., 2003).

Figura 13 - Curva de frequência de distribuição log-normal da permeabilidade ao ar (K_a) no potencial de -10 kPa nos horizontes da área de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD)

Um valor de $K_a = 1 \times 10^{-12} m^2$ ou $\log K_a = -12$ significa que há ausência de fluxo, devido à presença de poros bloqueados, os quais não participam do transporte convectivo do ar (RODRIGUES et al., 2011). Os poros podem estar bloqueados por dois motivos: 1) os poros podem estar preenchidos por água; ou 2) os poros não estão conectados, impedindo o fluxo de ar através dos poros. Observa-se que a área adjacente apresenta maior concentração de valores próximos a $\log K_a = -12$, enquanto que na área de TPI não foi observado este comportamento (Figura 14). A ocorrência de maior quantidade de poros pequenos também pode aumentar a quantidade de poros bloqueados (RODRIGUES et al., 2011).

Considerando que a K_a foi avaliada no potencial correspondente à capacidade de campo (-10 kPa), pode-se inferir que a área adjacente apresenta maior potencial de restrição à aeração e transporte de gases no interior dos poros do que a área de TPI, sendo confirmado pelo menor valor de macroporosidade da área adjacente. A K_a medida em potenciais próximos ao da capacidade de campo permite uma estimativa adequada da condutividade dos poros grandes (IVERSEN et al., 2003).

Diversas pesquisas mostram a estreita relação entre K_a e K_{sat} (LOLL et al., 1999; IVERSEN et al., 2001, 2003). (LOLL et al., 1999) analisaram a K_{sat} e K_a em 1614 amostras de solo em nove tipos de solo sob condições de umidade na

capacidade de campo, e encontraram uma correlação significativa de $R^2 = 0,77$. Em estudo conduzido por (IVERSEN et al., 2001), a K_a foi medida em 171 amostras de solo no potencial de -5 kPa, e a correlação entre K_a e K_{sat} foi de R^2 igual a 0,75. Apesar do menor número de amostras avaliados neste estudo, foi possível observar que ocorre a mesma tendência em solos com e sem horizonte antrópico.

Figura 14 - Relação entre log da condutividade hidráulica do solo ($\log K_{sat}$) e log da permeabilidade do solo ao ar (K_a) em (a) área de Terra Preta de Índio e (b) área adjacente

O valor do coeficiente angular e linear do ajuste de regressão de $\log K_a$ na área de TPI foi maior do que o observado na área adjacente. Segundo Loll al. (1999) diferenças nos coeficientes entre diferentes tipos de solo sugerem que diferentes mecanismos físicos podem influenciar a relação entre a K_a em poros grandes, no potencial de -10 kPa, e o sistema poroso do solo (K_{sat}) em solos de textura muito arenosa e solos com alto potencial de exibir uma adequada estrutura por conter elevados teores de matéria orgânica do solo, situação onde a Terra Preta pode ser incluída.

O comportamento das curvas de retenção de água nas áreas de Terra Preta e adjacente está representada na Figura 15. Nota-se que em elevados conteúdos de água no solo a retenção de água no solo é ligeiramente maior na área adjacente do que na área de TPI, entretanto em valores de tensão mais próximas do ponto de murcha permanente a tendência da curva se inverte, e a TPI apresenta maior

retenção de água do que a área adjacente. A maior microporosidade da área adjacente favorece a maior retenção de água na parte úmida da curva, enquanto que a textura arenosa e maior macroporosidade encontradas na área de TPI foram responsáveis pelos menores valores de retenção de água.

Figura 15 - Curvas de retenção de água no solo ajustadas segundo o modelo de Van Genuchten (1980) das áreas de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD) na Flona de Caxiuanã/PA

É importante considerar que a matéria orgânica influencia a força de retenção de água e isto afeta, portanto, sua disponibilidade, direta e/ou indiretamente. Os efeitos diretos devem-se, basicamente a grande área superficial específica da matéria orgânica. Assim, considerando que há uma estreita relação entre a área superficial específica e a retenção de água à tensão de 100 e de 1500 kPa, a maior quantidade de MO pode aumentar a força da água retida sob tensões maiores, quando os fenômenos de adsorção são mais importantes que a capilaridade (HILLEL, 1998).

Por outro lado, sob tensões menores, próxima à capacidade de campo, são os fenômenos de capilaridade que definem a retenção de água (HILLEL, 1998), onde os fatores que mais influenciam a retenção de água são a estrutura do solo e variáveis relacionadas à agregação do solo, como volume, diâmetro e continuidade dos poros do solo (BRAIDA et al., 2011).

Tabela 3 - Valores dos parâmetros de ajuste avaliados (θ_s , θ_r , α , n) da curva de retenção de água no solo de acordo com o modelo de van Genuchten (1980) nas áreas estudadas

Área	θ_sm ³ m ⁻³	θ_r	α	n
TPI	0,5269	0,1728	1,0662	1,3642
AD	0,5539	0,0898	0,6808	1,2626

TPI: Terra Preta de Índio; AD: Área adjacente

Os índices de estabilidade de agregados do solo gerados pelo método HEMC em umedecimento rápido e lento do solo encontram-se na Tabela 4. Não houve diferenças significativas entre os índices volume de poros drenáveis (VPD), índice estrutural (IE), razão VPD e razão de estabilidade de agregados (REA) em ambos os solos e profundidades avaliados. Na profundidade de 0-15 cm a sucção modal (SM) na taxa de umedecimento rápido na área de TPI foi significativamente menor do que na área adjacente. A ruptura de agregados provocada pelo rápido umedecimento do solo altera a distribuição de poros no solo, aumentando o valor de SM e reduzindo o VDP (PIERSON; MULLA, 1989), o que também reduz o índice estrutural do solo.

De uma forma geral verifica-se que ambas as áreas apresentaram alta estabilidade de agregados, considerando que nas duas profundidades avaliadas o REA esteve acima de 0,5, o que significa que acima deste valor o solo apresenta adequada estabilidade de agregados (LEVY; MILLER, 1997). Os valores de razão VPD encontrados foram maiores do que 50%, indicando que mesmo com a ruptura de agregados provocada pelo umedecimento rápido do solo, não houve perda de mais de 50% dos poros drenáveis (LEVY; MILLER, 1997).

Tabela 4 - Resultados da análise de estabilidade de agregados pelo método HEMC (PIERSON; MULLA, 1989) nos solos estudados (n=3)

Área	Sucção modal*		VPD ^{ns}		Índice Estrutural ^{ns}		Razão VPD ^{ns}	REA ^{ns}
	J kg ⁻¹		g g ⁻¹		g g ⁻¹ cm ⁻¹			
	Rápido	Lento	Rápido	Lento	Rápido	Lento		
0 – 15 cm								
TPI	7,8b	9,1a	0,137a	0,241a	0,018a	0,026a	0,567a ± 0,05	0,68a ± 0,08
AD	14,9a	9,3a	0,146a	0,219a	0,010a	0,028a	0,669a ± 0,15	0,54a ± 0,21
15 – 30 cm								
TPI	10,8a	11,7a	0,176a	0,290a	0,016a	0,025a	0,607a ± 0,13	0,64a ± 0,14
AD	11,5a	10,4a	0,254a	0,477a	0,024a	0,052a	0,533a ± 0,20	0,68a ± 0,29

VPD: Volume de poros drenáveis; REA: Razão de estabilidade de agregados. Os resultados apresentados correspondem a média ± erro padrão. *significativo a 5%, ^{ns}não-significativo. Médias seguidas pela mesma letra não apresentam diferenças significativas entre si pelo teste Tukey ($p < 0,05$)

Não foram observadas diferenças significativas entre as curvas características de umidade nas taxas de umedecimento rápido e lento, que se comportaram de forma semelhante nas áreas e profundidades avaliadas (Figura 16). Infere-se que a taxa de umedecimento aplicada (100 mm h⁻¹) dos agregados não alterou a distribuição de poros, o que significa que os solos avaliados apresentam alta resistência ao colapso e ruptura dos agregados.

Figura 16 - Curvas características de umidade em alta energia (HEMC) para taxas de umedecimento rápido (100 mm h^{-1}) e lento (2 mm h^{-1}) nas áreas de Terra Preta de Índio e área adjacente

A metodologia HEMC foi adaptada para regiões onde os solos são suscetíveis à formação de selamento, escoamento superficial e erosão (PIERSON; MULLA, 1989), (LEVY; MAMEDOV, 2002) o que motivou o desenvolvimento de uma metodologia de avaliação da estabilidade de agregados que permitisse o controle preciso da taxa de umedecimento, reduzindo a destruição completa dos agregados devido à falta de controle das forças de umedecimento desagregadoras (PIERSON; MULLA, 1989).

Nos raros estudos feitos no Brasil utilizando este método (AVANZI et al., 2011; SILVA et al., 2014) avaliaram os índices de estabilidade de agregados pelo método HEMC em áreas de plantio de eucalipto e café, respectivamente, e não encontraram diferenças significativas na estabilidade de agregados entre tratamentos, o que sugere a necessidade de adaptação para solos tropicais. Em

estudo realizado para verificar a alteração na estrutura de um solo argilo-arenoso pela aplicação de crescentes doses de biochar, um material orgânico obtido através de pirólise, (BAIAMONTE et al., 2015)) observaram aumento do volume de poros drenáveis e no índice de estabilidade de agregados do solo.

Goldberg, Kapoor e Rhoades (1990) e Nadler, Perfect e Kay (1996) sugerem que a influência da matéria orgânica na estrutura do solo depende da escala de tamanho das partículas; em agregados do tamanho argila a matéria orgânica atua sobre a carga de partículas, enquanto que em agregados maiores, como os de tamanho de partículas de areia a matéria orgânica serviria como agente de ligação, através da ação de raízes e hifas (TISDALL; OADES, 1982), desta forma, a matéria orgânica deve ter diferentes efeitos na macro e microagregação do solo.

A influência da matéria orgânica na estabilidade de agregados do solo tem resultados contraditórios na literatura. Alguns estudos indicam que, em relação à estabilidade de agregados, a predominância de óxidos de Fe e Al em solos tropicais os tornam menos dependentes do conteúdo de matéria orgânica em relação a solos onde predominam minerais 2:1 (SIX et al., 2002, 2004). No entanto outros autores afirmam que o alto conteúdo de carbono orgânico aumenta a estabilidade de agregados (BLANCO-CANQUI; LAL, 2004; GOLCHIN et al., 1995) encontrou forte correlação ($r = 0,86$) entre matéria orgânica particulada e estabilidade de agregados de 1 a 2mm de diâmetro.

A aparente falta de correlação entre matéria orgânica e estabilidade de agregados indica que alguns componentes do C estão envolvidos de forma mais direta na estabilização de agregados do que outros (PERFECT; KAY, 1990; AMÉZKETA, 1999). De acordo com (TISDALL; OADES, 1982) as baixas correlações podem ser atribuídas aos seguintes motivos: a) somente uma fração da matéria orgânica total interfere na agregação; b) a agregação sofre influência da matéria orgânica até um nível crítico, onde além deste nível maiores teores de matéria orgânica são irrelevantes; c) agregação é melhor relacionada com partículas orgânicas livres do que com o conteúdo total de matéria orgânica.

As estruturas aromáticas do carbono pirogênico encontradas na Terra Preta de Índio podem formar revestimentos nas paredes dos poros (GLASER; LEHMANN; ZECH, 2002). Estes revestimentos com características hidrofóbicas aumentam a repelência do sistema poroso do solo à água, reduzindo o efeito prejudicial da ruptura da estrutura do solo, o que aumenta a estabilidade dos agregados

(PICCOLO; MBAGWU, 1999; CAPRIEL et al., 1990, 1995; CHENU; LE BISSONNAIS; ARROUAYS, 2000), especialmente em solos de textura arenosa (GLASER; LEHMANN; ZECH, 2002).

2.3.2 Fracionamento físico da matéria orgânica de agregados estáveis em água

Amostras de solo de cada área foram separadas em quatro tamanhos de agregados por peneiramento úmido: fração leve, que são resíduos orgânicos não totalmente decompostos, a qual por definição não é considerada como matéria orgânica (SIX et al., 2002); macroagregados ($>0,25$ mm), microagregados ($> 0,053$ mm) e partículas minerais de tamanho silte e argila ($< 0,053$ mm). Houve diferença significativa na distribuição da massa de agregados entre áreas e entre frações. Na área de TPI a massa de agregados se concentrou na fração macroagregados, representando aproximadamente 60% da amostra, seguida pela fração microagregados, silte+argila e fração orgânica. A área adjacente apresentou maior distribuição da massa de agregados entre as frações, com maior quantidade de massa na fração microagregados (Tabela 5).

Tabela 5 - Concentração da massa das frações obtidas pelo fracionamento físico da matéria orgânica nas áreas de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD) (n=5; camada 0-15 cm)

Áreas	Frações			
	Fração orgânica	Macroagregados ($> 0,25$ mm)	Microagregados ($> 0,053$ mm)	Silte+Argila ($< 0,053$ mm)
	 g ⁻¹ fração kg ⁻¹ solo			
TPI	2,47 ± 0,24 Ad	622,53 ± 9,73 Aa	224,34 ± 8,62 Bb	150,65 ± 8,35 Ac
AD	2,82 ± 0,15 Ac	344,63B ± 21,53 Bab	357,17 ± 16,72 Aa	295,37 ± 9,36 Bb

Letras minúsculas comparam médias das frações em uma mesma área e letras maiúsculas comparam as médias das frações entre as áreas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

A fração orgânica, que corresponde aos resíduos vegetais não totalmente decompostos, apresentou menor massa em ambas as áreas, e não foi observada diferença significativa entre as áreas TPI e adjacente. Raízes, restos de folhas e hifas em estágio inicial de decomposição formam esta fração (CHRISTENSEN, 2001). Sua baixa densidade explica a baixa proporção desta fração em relação às demais frações (DEON, 2013). Fatores como manejo do solo, tipo de vegetação e outros fatores modificam o balanço entre produção e decomposição da matéria

orgânica (clima, propriedades do solo e atividade da fauna), e podem influenciar o acúmulo da fração orgânica (CHRISTENSEN, 1992).

A fração macroagregados foi estatisticamente maior na área de TPI em comparação com a área adjacente. Em estudo realizado por Besnard et al. (1996), a fração macroagregados também foi predominante (52,4%) em solos sob floresta. Analisando a distribuição de C em frações de solo sob floresta, John et al. (2005) também verificou esse comportamento em solos sob cobertura florestal.

Em solos tropicais a ação de interações dos minerais do solo, consideradas como agentes cimentantes permanentes, têm efeito predominante na formação e estabilização de microagregados, enquanto que a formação e estabilização de macroagregados são determinadas por agentes cimentantes temporários, que têm ação mecânica, como as hifas de fungos e as raízes das plantas (TISDALL; OADES, 1982). A maior quantidade de macroagregados na área de TPI pode ser considerada como um indicador do seu alto potencial de sequestro de C, de acordo com o conceito de saturação hierárquica dos compartimentos de C (GULDE et al., 2008). Este conceito afirma que a saturação de diferentes compartimentos de C segue uma hierarquia, no sentido que partículas do tamanho de argila e silte atingem sua capacidade máxima de acúmulo de C com menores entradas do que os microagregados, e por sua vez os microagregados atingem sua capacidade de saturação de C com menores entradas de C do que macroagregados (CHUNG; GROVE; SIX, 2008).

A presença de óxidos de ferro, alumínio e caulinita são considerados os principais fatores na agregação de solos tropicais (OADES; WATERS, 1991; SIX et al., 2000, 2004). Neste sentido, estudos recentes investigaram os mecanismos de acúmulo de C em solos sob recuperação (SILVA et al., 2013, 2015), onde verificaram que complexos orgânicos coordenados por ferro servem como núcleo para a formação de agregados. Como as áreas de TPI e adjacente estão sob a mesma cobertura vegetal e possuem a mesma composição mineralógica, outros fatores podem estar atuando para a maior estabilidade da matéria orgânica em TPI (GLASER et al., 2000, 2003).

A massa de agregados nas frações mais estáveis (frações microagregados e silte+argila) da área adjacente são estatisticamente maiores do que na área de TPI (Tabela 5). Estes resultados podem estar relacionados aos resultados de distribuição de partículas do solo nas duas áreas, pois a área adjacente tem aproximadamente

2,3 vezes mais silte do que a área de TPI, de textura arenosa. Estudos demonstram que microagregados estáveis podem estabilizar e reter C por longos períodos de tempo (SIX et al., 2000;). A fração silte+argila da área adjacente representa quase 30% da massa total da amostra, enquanto que na TPI esta fração corresponde a menos do que 20% (Tabela 5).

As concentrações de C (g kg^{-1}) para cada fração dos agregados estáveis em água podem ser visualizadas na Figura 11. De uma forma geral, a área de TPI tem duas vezes mais C do que a área adjacente (Figura 17), o que confirma o fato de que a TPI acumula muito mais carbono do que os solos normalmente encontrados na região amazônica (KERN; KÄMPF, 1989; MADARI et al., 2009).

Figura 17 - Conteúdo de C (g kg^{-1} solo) nas frações obtidas pelo fracionamento físico da matéria orgânica de agregados estáveis em água. Letras minúsculas comparam médias das frações em uma mesma área e letras maiúsculas comparam as médias das frações entre áreas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Na área de TPI a fração macroagregados contém 40% do C total, 4 vezes mais do que na área adjacente; seguida da fração microagregados, que contém 34% do C total, 1,8 vezes mais do que em AD; e finalmente a fração silte+argila que contém 22% do total de C. A área adjacente apresentou quantidade menor de C total, onde a fração microagregados concentrou maior quantidade de C entre as

frações, seguida pela fração macroagregados e silte+argila, cujas médias não diferiram entre si (Figura 11). Na área de TPI as maiores concentrações de C se encontram nas frações macro e microagregados, já na área adjacente o C está em maior quantidade na fração microagregados. Na área de TPI a menor concentração de C foi encontrada na fração silte+argila ($<0,053$ mm), enquanto que na área adjacente as menores concentrações de C se distribuíram entre as frações macroagregados e silte+argila. Os macroagregados são menos efetivos do que os microagregados na proteção de carbono, o que significa que o C desta fração está mais vulnerável a perdas pelo manejo (JASTROW, 1996).

A área adjacente apresenta maior quantidade de C na fração microagregados, o que infere que o C ali localizado tenha maior recalcitrância, e por consequência, um maior tempo de permanência no solo do que os agregados maiores (BILLINGS, 2006). Interessante notar que a concentração de C na fração silte+argila foi significativamente maior na área de TPI do que na área adjacente, mesmo a TPI apresentando textura arenosa ($>60\%$). A proteção do C no solo é proporcional a área específica das partículas de argila, ou seja, como a caulinita apresenta baixa área específica

Utilizando a metodologia de fracionamento físico densimétrico para avaliar a distribuição de C em solos de TPI com textura arenosa a argilosa, Glaser et al. (2000) observaram que nos solos de TPI arenosos 85%, do carbono orgânico se concentrou na fração leve, que corresponde a macromoléculas orgânicas levemente decompostas de plantas, e pouco conteúdo mineral.

John et al. (2005) verificaram que em solo sob floresta houve um aumento da concentração de carbono orgânico nos agregados de classes de maior tamanho, onde 66% do C total se concentrou nas frações maiores que 0,250 mm. Uma evidência da existência da hierarquia de agregados é o aumento da concentração de C com o aumento do tamanho dos agregados, porque agregados maiores são formados por microagregados mais a matéria orgânica que funciona como agente de ligação intra-macroagregados (ELLIOTT, 1986; JASTROW, 1996; VON LÜTZOW et al., 2007). Estudando a distribuição de C nas frações do solo em ecossistemas na Amazônia Central, Marques et al. (2015) verificaram que as maiores concentrações de C se localizaram na fração lábil, que é conhecida por ser vulnerável a mudanças de manejo, e na fração argila, onde a matéria orgânica se encontra mais estável no solo.

Na Tabela 6 encontram-se os respectivos valores de abundância natural de ^{13}C nas diferentes frações das áreas de TPI e adjacente. Na área de TPI, os valores de $\delta^{13}\text{C}$ em todas as frações avaliadas não diferiram significativamente entre si e apresentaram baixa amplitude de valores, variando de -27,1 a -27,3‰. Seguindo a mesma tendência, a área adjacente também não apresentou diferenças significativas na composição isotópica do carbono entre frações, porém nota-se maior amplitude de valores, que variaram de -26,1 a -27,4‰. Comparando o $\delta^{13}\text{C}$ das frações entre as áreas, houve diferença significativa entre a fração macroagregados e silte+argila da área de TPI e adjacente, onde a fração MAC e S+A da TPI mostrou maior enriquecimento de C, indicando a presença de carbono com maior estabilidade no solo.

Considerando que a abundância natural utilizada para o estudo da origem do C do solo implica no fato de que a matéria orgânica reflete a origem do material vegetal da qual se formou, pode-se perceber que a composição da matéria orgânica nas duas áreas avaliadas tem como origem predominante plantas de ciclo C3 (-33 a -22‰), típicas de floresta nativa, indicando que não houve mudanças recentes na composição da vegetação. Valores semelhantes aos deste estudo foram encontrados em áreas de TPI sob Argissolo Amarelo em diferentes sistemas de manejo na região de Caxiuanã (da SILVA, 2013).

Tabela 6 - Distribuição da concentração de $\delta^{13}\text{C}$ nas frações obtidas através do fracionamento físico em agregados estáveis em água no horizonte superficial nas áreas estudadas na Flona Caxiuanã/PA

Áreas	$\delta^{13}\text{C}$ (‰)			
	FO	MAC (> 0,25mm)	MIC (> 0,053mm)	S+A (< 0,053mm)
Terra Preta de Índio	-27,2 (1,4)	-27,3 (0,07)	-27,2 (0,05)	-27,1 (0,04)
Área adjacente	-27,4 (1,2)	-27,6 (0,06)	-26,1 (1,8)	-27,4 (0,03)

Valores em parênteses correspondem ao erro padrão da média

2.3.3 Distribuição do carbono pirogênico nas frações

A distribuição do carbono total e pirogênico entre as frações do solo se encontra na Tabela 7. Na área de TPI, verifica-se a presença de 66% do C presente na fração macroagregados, seguida de 20% da fração microagregados e 10% na

fração silte+argila. Importante ressaltar que apesar da fração macro e microagregados não diferirem significativamente quanto à concentração de C na fração, quando se leva em conta a porcentagem de massa da fração verifica-se que os macroagregados predominam por apresentarem maior quantidade de massa. Já na área adjacente o C se localiza em maior parte na fração microagregados (44%), seguida da fração macroagregados (23%) e silte+argila (23%), e como a distribuição de massa nesta área foi relativamente equivalente entre frações, a maior concentração de C na fração microagregados se refletiu em também maior representatividade desta fração em relação ao C total do solo.

Tabela 7 - Frações obtidas através do fracionamento físico de agregados estáveis em água no horizonte superficial das áreas de Terra Preta de Índio (TPI) e área adjacente (AD), e seus respectivos conteúdos de carbono orgânico total (COT) e carbono pirogênico em cada fração (n=5)

Área	Frações*		Carbono Orgânico		Carbono pirogênico
		/ % da massa total	/ g kg ⁻¹	/ % do COT	/ g kg ⁻¹
TPI	TFSA		36,23	100,0	
	MAC	60,3 (1,0)	26,29Aa	66,1	0,60Ba (0,03)
	MIC	21,8 (1,0)	22,25Aa	20,2	2,24Aa (0,3)
	S+A	17,6 (1,5)	14,70Ba	10,7	2,25Aa (0,1)
AD	TFSA		16,87	100,0	
	MAC	34,0 (2,3)	6,67Bb	23,4	0,39Bb (0,08)
	MIC	35,2 (1,6)	12,51Ab	44,7	1,38Ab (0,08)
	S+A	30,6 (1,2)	7,59Bb	23,6	1,32Ab (0,2)

*TFSA: Terra Fina Seca ao Ar, 2 mm; FO: fração orgânica, MAC: fração macroagregados, > 0,25 mm, MIC: fração microagregados, > 0,053 mm; S+C: fração silte+argila, < 0,053 mm; COT: Carbono orgânico total; Cpir: Carbono pirogênico; valores em parênteses correspondem ao erro padrão da média. Letras maiúsculas comparam frações de uma mesma área e letras minúsculas comparam médias das frações entre áreas pelo teste de Tukey (p < 0,05)

Observa-se que na área de TPI há maior concentração de carbono pirogênico nas frações microagregados e silte+argila, e bem menor na fração macroagregados. Na área adjacente observa-se a mesma tendência de distribuição do carbono pirogênico, porém em menor quantidade. A maior quantidade de C pirogênico nas frações mais finas do solo mostra que ele se encontra em formas altamente estáveis

no solo, o que permite inferir que participe de complexos organo-minerais de alta recalcitrância, e assim participe de processos relacionados à formação da estrutura do solo. A origem da maior presença de carbono pirogênico em solos de TPI está relacionada a forma de manejo dos resíduos orgânicos e queima controlada praticada pelos antigos habitantes das áreas onde hoje as TPI são encontradas (GLASER et al., 2000; GLASER, 2007).

Em estudo sobre a distribuição do carbono pirogênico em TPIs utilizando o fracionamento físico densimétrico, Glaser et al. (2000) encontraram altas concentrações de carbono pirogênico em fração de densidade média, onde geralmente estão presentes complexos organo-minerais do solo. Segundo os autores, o carbono pirogênico presente nesta fração está fisicamente preso dentro dos agregados ou está em associações organo-minerais. Brodowski et al. (2006), analisando a distribuição de C em diferentes classes de agregados, observaram que o C se concentrou em classe menor de tamanho de agregados (53-250 μ m), concordando com os resultados deste estudo.

A tendência de localização do carbono pirogênico nas frações mais estáveis do solo pode ser um indicativo de que a sua natureza particulada favoreça a inclusão preferencial dentro dos microagregados ou em associação com partículas de silte e argila, ou fazer com que os microagregados se tornem seletivamente enriquecidos com carbono pirogênico durante a decomposição da matéria orgânica protegida fisicamente (BRODOWSKI et al., 2006). Também pode-se inferir que a maior presença de carbono pirogênico nestas frações seja o produto de interações com os minerais do solo, o que aumenta a interligação com a matriz do solo, com influência em propriedades físicas a nível de colóide relacionadas à estrutura do solo.

As interações organo-minerais envolvendo o carbono pirogênico são favorecidas pela oxidação parcial do carbono pirogênico presente nos solos de TPI, as quais fornecem cargas negativas na superfície de materiais inicialmente hidrofóbicos para complexos organo-minerais (BRODOWSKI et al., 2005), onde por este mecanismo o carbono pirogênico poderia estar envolvido na formação de agregados e processos de estabilização, além de estarem menos acessíveis à decomposição por microrganismos.

De acordo com Czimczik e Masiello (2007), o acúmulo de carbono pirogênico no solo é controlado pelos seguintes fatores: (1) frequência das queimas (produção);

(2) aromaticidade do carbono original e condições de combustão; (3) turbação do solo; (4) reatividade dos minerais do solo; e (5) presença de comunidades microbianas capazes de degradar o carbono aromático. Embora o carbono pirogênico seja uma forma de carbono que, dependendo da origem da biomassa originária e a forma de processo térmico sofrido, pode ser altamente recalcitrante, com tempo de residência no solo por milênios (GLASER; LEHMANN; ZECH, 2002; GLASER; GUGGENBERGER; WOLFGANG, 2004; MAIA et al., 2013) ele apresenta alguma reatividade, o que é evidenciado pelos resultados deste estudo e de outros que mostram a sua presença nas frações mais estáveis no solo, como a fração microagregados (GLASER et al., 2000; BRODOWSKI et al., 2005, 2006).

A proporção de carbono pirogênico em relação ao carbono total do solo pode ser visualizada na Figura 18. A composição do carbono pirogênico nas diferentes frações do solo variou de 10 até 25% da composição do carbono total, onde verifica-se que a fração macroagregados apresentou o menor valor nas duas áreas, enquanto que as frações micro e silte+argila concentraram a maior quantidade de C pirogênico em ambas as áreas.

Figura 18 - Representação da proporção de carbono pirogênico em relação ao carbono total do solo. MAC: fração macroagregados; MIC: fração microagregados; S+A: fração silte+argila

Embora a concentração de C pirogênico nas frações do solo tenha sido menor na área adjacente, proporcionalmente ela é maior do que na TPI em razão da quantidade de C total das duas áreas. Como a TPI possui bem mais carbono

orgânico do que a área adjacente, e a diferença entre a quantidade de carbono pirogênico apesar de significativamente distinta entre as áreas, não foi em uma proporção maior (Tabela 7), a área adjacente apresentou maior proporção de carbono pirogênico na composição do C total do solo. A prática do corte e queima para abrir novas áreas de plantio é uma prática comum na região amazônica, que consiste na derrubada da vegetação original e sua posterior queima, produzindo uma alta quantidade de cinzas e carvão, que sendo incorporada ao solo, pode ter contribuído para a maior quantidade de carbono pirogênico encontrada na área adjacente. Mais estudos são necessários para identificar diferenças na formação e origem do carbono pirogênico entre as áreas de TPI e adjacentes, ampliando a compreensão sobre a dinâmica do C pirogênico nas propriedades físicas, químicas e biológicas do solo.

3 CONCLUSÃO

A hipótese estabelecida foi parcialmente confirmada, pois as áreas de Terra Preta de Índio e adjacentes quando comparadas apresentaram comportamentos distintos quanto às propriedades físicas do solo, especialmente em relação à macro e microporosidade, condutividade hidráulica do solo (K_{sat}), permeabilidade do solo ao ar (K_a), e retenção de água no solo, entretanto houve diferenças na estabilidade de agregados entre as duas áreas. A distribuição da matéria orgânica nas diferentes frações do solo foi distinta nas duas áreas, onde verificou-se que na área de TPI o carbono no solo foi predominante na fração macroagregados, enquanto que na área adjacente o carbono se localizou em maior quantidade na fração microagregados. Os valores de C pirogênico foram maiores na área de TPI do que na área adjacente, demonstrando que a matéria orgânica das TPIs apresenta uma composição diferenciada, modificando o comportamento das propriedades físicas dos solos nas áreas avaliadas.

REFERÊNCIAS

- AMÉZKETA, E. Soil aggregate stability: a review. **Journal of Sustainable Agriculture**, New York, v. 14, n. 2/3, p. 83–151, 1999.
- ARE, K.S.; OLUWATOSIN, G.A.; ADEYOLANU, O.D.; OKE, A.O. Slash and burn effect on soil quality of an Alfisol: soil physical properties. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 103, n. 1, p. 4–10, Apr. 2009.
- AVANZI, J.C.; NORTON, L.D.; SILVA, M.L.N.; CURI, N.; OLIVEIRA, A.H.; SILVA, M.A. da. Aggregate stability in soils cultivated with Eucalyptus. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 46, n. 1, p. 89–96, jan. 2011.
- BAIAMONTE, G.; DE PASQUALE, C.; MARSALA, V.; CIMÒ, G.; ALONZO, G.; CRESCIMANNO, G.; CONTE, P. Structure alteration of a sandy-clay soil by biochar amendments. **Journal of Soils and Sediments**, Heidelberg, v. 15, n. 4, p. 816–824, 2015.
- BARROS, K.R.M.; LIMA, H.V.; CANELLAS, L.P.; KERN, D.C. Fracionamento químico da matéria orgânica e caracterização física de Terra Preta de Índio. **Revista de Ciências Agrárias**, Belém, v. 55, n. 1, p. 44–51, 2012.
- BESNARD, E.; CHENU, C.; BALESDENT, J.; PUGET, P.; ARROUAYS, D. Fate of particulate organic matter in soil aggregates during cultivation. **European Journal of Soil Science**, London, v. 47, n. 4, p. 495–503, 1996.
- BILLINGS, S. Soil organic matter dynamics and land use change at a grassland/forest ecotone. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 38, n. 9, p. 2934–2943, 2006.
- BLANCO-CANQUI, H.; LAL, R. Mechanisms of carbon sequestration in soil aggregates. **Critical Reviews in Plant Sciences**, Philadelphia, v. 23, n. 6, p. 481–504, 2004.
- BRAIDA J.A.; BAYER C.; ALBUQUERQUE A.; REICHERT J.M. Matéria orgânica e seu efeito na física do solo. In: KLAUBERG FILHO, O. **Tópicos em ciência do solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2011. v. 7. p. 221-278.
- BRODOWSKI, S.; AMELUNG, W.; HAUMAIER, L.; ABETZ, C.; ZECH, W. Morphological and chemical properties of black carbon in physical soil fractions as revealed by scanning electron microscopy and energy-dispersive x-ray spectroscopy. **Geoderma**, Amsterdam, v. 128, n. 1/2, p. 116–129, 2005.
- BRODOWSKI, S.; JOHN, B.; FLESSA, H.; AMELUNG, W. Aggregate-occluded black carbon in soil. **European Journal of Soil Science**, London, v. 57, n. 4, p. 539–546, 2006.

CAMPOS, M. C. C.; RIBEIRO, M. R.; SOUZA JÚNIOR, V. S.; RIBEIRO FILHO, M. R.; SOUZA, R. V. C. C.; ALMEIDA, M.C. Caracterização e classificação de terras pretas arqueológicas na Região do Médio Rio Madeira. **Bragantia**, Campinas, v.70, n.3, p. 598-609, 2011.

CAPRIEL, P.; BECK, T.; BORCHERT, H.; HÄRTER, P. Relationship between soil aliphatic fraction extracted with supercritical hexane, soil microbial biomass, and soil aggregate stability. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 54, n. 2, p. 415, 1990.

CAPRIEL, P.; BECK, T.; BORCHERT, H.; GRONHOLZ, J.; ZACHMANN, G. Hydrophobicity of the organic matter in arable soils. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 27, n. 11, p. 1453–1458, 1995.

CAVALIERI, K.M.V.; DA SILVA, A.P.; TORMENA, C.A.; LEÃO, T.P.; DEXTER, A.R.; HÅKANSSON, I. Long-term effects of no-tillage on dynamic soil physical properties in a rhodic Ferrasol in Paraná, Brazil. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 103, n. 1, p. 158–164, Apr. 2009.

CHENU, C.; LE BISSONNAIS, Y.; ARROUAYS, D. Organic matter influence on clay wettability and soil aggregate stability. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, n. 4, p. 1479, 2000.

CHRISTENSEN, B.T. Physical Fractionation of soil and organic matter in primary particle size and density separates. In: STEWART, B.A. (Ed.). **Advances in soil science**. New York: Springer, 1992. p. 1–90.

_____. Physical fractionation of soil and structural and functional complexity in organic matter turnover. **European Journal of Soil Science**, London, v. 52, n. 3, p. 345–353, 2001.

CHUNG, H.; GROVE, J.H.; SIX, J. Indications for soil carbon saturation in a temperate agroecosystem. **Soil Science Society of American Journal**, Madison, v.72, p.1132-1139, 2008.

COLLIS-GEORGE, N.; FIGUEROA, B.S. The use of soil moisture characteristics to assess soil stability. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 22, p. 349-356, 1984.

COSTA, J.A.; RODRIGUES, T.E.; KERN, D.C.; SILVA, J.M.L. e. Classificação e distribuição dos padrões pedogeomórficos da Estação Científica Ferreira Penna, na região de Caxiuanã, no estado do Pará. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi**. Série Ciências Naturais, Belém, v. 1, p. 117–128, 2005.

COSTA, J.A.; KERN, D.C.; COSTA, M.L.; RODRIGUES, T.E.; KAMPF, N.; LEHMANN, J.; FRAZÃO, F.J.L. Geoquímica das Terras Pretas Amazônicas. In: TEIXEIRA, W.G.; KERN, D.C.; MADARI, B.E.; LIMA, H.N. de; WOODS, W. (Ed.). **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2003. p. 162–171.

COSTA JUNIOR, C.; PICCOLO, M. de C.; SIQUEIRA NETO, M.; CAMARGO, P.B. de; CERRI, C.C.; BERNOUX, M. Carbono total E $\delta^{13}\text{C}$ em agregados do solo sob vegetação nativa e pastagem no bioma Cerrado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 35, n. 4, p. 1241–1252, 2011.

CZIMCZIK, C.I.; MASIELLO, C.A. Controls on black carbon storage in soils: black carbon in soils. **Global Biogeochemical Cycles**, Washington, v. 21, n. 3, p. 1–8, 2007.

DA SILVA, A. R.; DE LIMA, R. P. soilphysics: An R package to determine soil preconsolidation pressure. **Computers & Geosciences**, Oxford, v. 84, p. 54-60, 2015.

DA SILVA, R. de N. P. **Interferência de sistemas de manejo na floresta nacional de Caxiuanã, PA nos atributos físicos e químicos e na composição isotópica de solo antropizado**. 2013. 110p. Tese (Doutorado em Agronomia (Agricultura)) - Universidade Estadual Paulista “Júlio De Mesquita Filho”, 2013.

DE-CAMPOS, A.B.; MAMEDOV, A.I.; HUANG, C. Short-term reducing conditions decrease soil aggregation. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 73, n. 2, p. 550, 2009.

DE LIMA, R. P.; DA SILVA, A. R.; DA SILVA, A. P.; LEÃO, T. P.; MOSADDEGHI, M. R. Soilphysics: An R Package for Calculating Soil Water Availability to Plants by Different Soil Physical Indices. **Computers and Electronics in Agriculture**, Oxford, v. 120, p. 63–71, 2016.

DEON, D.S. **Mudança de uso da terra e impacto na matéria orgânica do solo em dois locais no leste da Amazônia**. 2013. 153 p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

DEXTER, A.R. Soil physical quality: Part I. Theory, effects of soil texture, density, and organic matter, and effects on root growth. **Geoderma**, Amsterdam, v. 120, n. 3/4, p. 201–214, 2004.

ELLIOTT, E.T. Aggregate structure and carbon, nitrogen, and phosphorus in native and cultivated soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 50, n. 3, p. 627, 1986.

FIGUEIREDO, G. C. Avanços metodológicos e instrumentais em física do solo. 2010. 163p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, 2010.

FRASER, J. A.; LEACH, M.; FAIRHEAD, J. Anthropogenic Dark Earths in the Landscapes of Upper Guinea, West Africa: Intentional or Inevitable? **Annals of the Association of American Geographers**, Oxford, v. 104, n. 6, p. 1222–1238, 2014.

FRASER, J.; TEIXEIRA, W.; FALCÃO, N.; WOODS, W.; LEHMANN, J.; JUNQUEIRA, A. B. Anthropogenic Soils in the Central Amazon: From Categories to a Continuum: Anthropogenic Soils in the Central Amazon. **Area**, New Jersey, v. 43, n. 3, p. 264–273, 2011.

GEE, G.W.; BAUDER, J.W. Particle-size analysis. In: KLUTE, A. (Ed.) **Methods of soil analysis**: physical and mineralogical methods. 2 ed. Madison: American Society of Agronomy, 1986. chap.15, p.383-409.

GLASER, B.; BIRK, J. J. State of the Scientific Knowledge on Properties and Genesis of Anthropogenic Dark Earths in Central Amazonia (terra Preta de Índio). **Geochimica et Cosmochimica Acta**, Oxford, v. 82, p. 39–51, 2012.

GLASER, B. Prehistorically modified soils of Central Amazonia: a model for sustainable agriculture in the twenty-first century. **Philosophical Transactions of the Royal Society. B: Biological Sciences**, London, v. 362, n. 1478, p. 187–196, 2007.

GLASER, B.; GUGGENBERGER, G.; WOLFGANG, Z. Identifying the Pre-Columbian anthropogenic input on present soil properties of Amazonian Dark Earths (Terra Preta). In: GLASER, B; WOODS, W. I. **Amazonian Dark Earths**: explorations in space and time. Berlin; Heidelberg: Springer, 2004. p. 145-158.

GLASER, B.; LEHMANN, J.; ZECH, W. Ameliorating physical and chemical properties of highly weathered soils in the tropics with charcoal: a review. **Biology and Fertility of Soils**, New York, v. 35, n. 4, p. 219–230, 2002.

GLASER, B.; BALASHOV, E.; HAUMAIER, L.; GUGGENBERGER, G.; ZECH, W. Black carbon in density fractions of anthropogenic soils of the Brazilian Amazon region. **Organic Geochemistry**, Oxford, v. 31, n. 7/8, p. 669–678, July 2000.

GOLCHIN, A.; CLARKE, P.; OADES, J.; SKJEMSTAD, J. The effects of cultivation on the composition of organic-matter and structural stability of soils. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 33, n. 6, p. 975, 1995.

GOLDBERG, S.; KAPOOR, B.S.; RHOADES, J.D. Effect of aluminum and iron oxides and organic matter on flocculation and dispersion of arid zone soils. **Soil Science**, Philadelphia, v. 150, n. 3, p. 588–593, 1990.

GUEDES FILHO, O.; SILVA, A.P. da; GIAROLA, N.F.B.; TORMENA, C. A. permeabilidade ao ar da cama de semeadura do solo em sistema semeadura direta. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 3, p. 841–851, 2015.

GULDE, S.; CHUNG, H.; AMELUNG, W.; CHANG, C.; SIX, J. Soil carbon saturation controls labile and stable carbon pool dynamics. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 72, n. 3, p. 605, 2008.

HILLEL, D. **Environmental soil physics**. San Diego: Academic Press, 1998. 771p.

IVERSEN, B.V.; MOLDRUP, P.; SCHJONNING, P.; JACOBSEN, O.H. Field application of a portable air permeameter to characterize spatial variability in air and water permeability. **Vadose Zone Journal**, Madison, v. 2, n. 4, p. 618–626, Nov. 2003.

IVERSEN, B.V.; SCHJØNNING, P.; POULSEN, T.G.; MOLDRUP, P. In situ, on-site and laboratory measurements of soil air permeability: boundary conditions and measurement scale. **Soil Science**, Philadelphia, v. 166, n. 2, p. 97–106, 2001.

JASTROW, J.D. Soil aggregate formation and the accrual of particulate and mineral-associated organic matter. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 28, n. 4/5, p. 665–676, Apr. 1996.

JASTROW, J.D.; MILLER, R.M.; BOUTTON, T.W. Carbon dynamics of aggregate-associated organic matter estimated by carbon-13 natural abundance. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 60, n. 3, p. 801, 1996.

JOHN, B.; YAMASHITA, T.; LUDWIG, B.; FLESSA, H. Storage of organic carbon in aggregate and density fractions of silty soils under different types of land use. **Geoderma**, Amsterdam, v. 128, n. 1/2, p. 63–79, 2005.

KERN, D.C. **Geoquímica e pedoquímica em sítios arqueológicos com terra preta na Floresta Nacional de Caxiuanã (Portel- PA)**. 1996. 126 p. Tese (Doutorado em Geologia e Geoquímica) - Universidade Federal do Pará, Belém, 1996.

KERN, D.C.; KÄMPF, N. O efeito de antigos assentamentos indígenas na formação de solos com Terra Preta Arqueológica na região de Oriximiná, Pará. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 13, p. 219-225, 1989.

_____. Ação antrópica e pedogênese em solos com Terra Preta em Cachoeira-Porteira, Pará. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi. Série Ciências Naturais**, Belém, v. 1, n. 2, p. 187-201, 2005.

KERN, D.C.; D'AQUINO, G.; RODRIGUES, T.E.; FRAZÃO, F.J.L.; SOMBROEK, W.; NEVES, E.G.; MYERS, T.P. Distribution of antropogenic dark earths. In: LEHMANN, J.; KERN, D.C.; WOODS, W.; GLASER, B. (Org.). **Amazonian Dark Earths: origin, properties, management**. Norwell: Kluwer Academic, 2003. p. 51-76.

KERN, D.C.; KÄMPF, N.; WOODS, W.I.; DENEVAN, W.M.; COSTA, M.L. da; FRAZÃO, F.J.L.; SOMBROEK, W. Evolução do conhecimento em Terra Preta de Índio. In: TEIXEIRA, W.G.; KERN, D.C.; MADARI, B.E.; LIMA, H.N. de; WOODS, W. (Ed.). **As Terras Pretas de Índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2009. v. 1, p. 72-81.

KETTERINGS, Q.M.; BIGHAM, J.M.; LAPERCHE, V. Changes in soil mineralogy and texture caused by slash-and-burn fires in Sumatra, Indonesia. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, n. 3, p. 1108, 2000.

KURTH, V. J.; MACKENZIE, M. D.; DELUCA, T. H. Estimating Charcoal Content in Forest Mineral Soils. **Geoderma**, Amsterdam, v. 137, n. 1-2, p. 135–139, 2006.

LEÃO, T. P.; BARROS GUIMARÃES, T. L.; DE FIGUEIREDO, C. C.; GALBA BUSATO, J.; SATO BREYER, H. On Critical Coagulation Concentration Theory and Grain Size Analysis of Oxisols. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 77, n. 6, p. 1955, 2013.

LEVY, G.J.; MAMEDOV, A.I. High-energy-moisture-characteristic aggregate stability as a predictor for seal formation. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 66, n. 5, p. 1603, 2002.

LOLL, P.; MOLDRUP, P.; SCHJØNNING, P.; RILEY, H. Predicting saturated hydraulic conductivity from air permeability: application in stochastic water infiltration modeling. **Water Resources Research**, Washington, v. 35, n. 8, p. 2387–2400, 1999.

MADARI, B.E.; CUNHA, T.J.F.; NOVOTNY, E.H.; MILORI, D.M.B.P.; MARTIN NETO, L.; BENITES, V.M.; COELHO, M.R.; SANTOS, G.A. Matéria orgânica dos solos Antrópicos da Amazônia (Terra Preta de Índio): suas características e papel na sustentabilidade da fertilidade do solo. In: TEIXEIRA, W.G.; KERN, D.C.; MADARI, B.E.; LIMA, H.N. de; WOODS, W. (Eds.). **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2009. p. 172-188.

MAIA, C.M.B.F.; NOVOTNY, E.; RITTL, T.; BERMINGHAM HAYES, M. Soil organic matter: chemical and physical characteristics and analytical methods: a review. **Current Organic Chemistry**, Sharjah, v. 17, n. 24, p. 2985–2990, 2013.

MARQUES, J.D.O.; LUIZÃO, F.J.; TEIXEIRA, W.G.; SARRAZIN, M.; FERREIRA, S.J.F.; BELDINI, T.P.; MARQUES, E.M.A. Distribution of organic carbon in different soil fractions in ecosystems of Central Amazonia. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 1, p. 232–242, 2015.

MEGGERS, B. Environmental limitations on the development of culture. **American Anthropologist**. New Series, Washington, v. 56, n. 5, p. 801-821, 1954.

MESQUITA, M.D.G.B.F.; MORAES, S.O.; CORRENTE, J.E. Caracterização estatística de variáveis físicas do solo. **Acta Scientiarum**. Agronomy, Maringá, v. 25, n. 1, p. 35-44, 2003.

MONI, C.; DERRIEN, D.; HATTON, P.-J.; ZELLER, B.; KLEBER, M. Density fractions versus size separates: does physical fractionation isolate functional soil compartments? **Biogeosciences**, Gottingen, v. 9, n. 12, p. 5181–5197, 2012.

MUALEM, Y. A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media. **Water Resource Research**, Washington, v. 12, p. 513-522, 1976

NADLER, A.; PERFECT, E.; KAY, B.D. Effect of polyacrylamide application on the stability of dry and wet aggregates. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 60, n. 2, p. 555, 1996.

NEVES, E.G.; PETERSEN, J.B.; BARTONE, R.N.; SILVA, C.A. da. Historical and socio-cultural origins of Amazonian Dark Earths. In: LEHMANN, J.; KERN, D.C.; GLASER, B.; WOODS, W.I. (Eds) **Amazonian Dark Earths: origin properties management**. Dordrecht ; Boston: Kluwer Academic, 2003. p. 29–50.

NEVES JUNIOR, A.F. **Qualidade física de solos com horizonte antrópico (Terra Preta do Índio) na Amazônia Ocidental**. 2008. 93 p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, 2008.

NOVOTNY, E. H.; MAIA, C. M. B. de F.; CARVALHO, M. T. de M.; MADARI, B. E. Biochar: pyrogenic carbon for agricultural use - a critical review. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 2, p. 321–344, 2015.

OADES, J.; WATERS, A. Aggregate hierarchy in soils. **Australian Journal of Soil Research**, Victoria, v. 29, n. 6, p. 815, 1991.

PIERSON, F.B.; MULLA, D.J. An improved method for measuring aggregate stability of a weakly aggregated loess soil. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 53, n. 6, p. 1825, 1989.

R CORE TEAM (2016). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

RAIJ, B. van; ANDRADE, J. C. de; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. **Análise química para avaliação do solo da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agrônômico, 2001. 285 p.

REYNOLDS, W.D.; ELRICK, D.E. Falling head soil core (tank) method. In: DANE, J.H.; TOPP, G.C. **Methods of soil analysis**. 3rd ed. Madison: SSSA, 2002. pt. 4: Physical methods, p. 809-812.

REYNOLDS, W.D.; YANG, X.M.; DRURY, C.F.; ZHANG, T.Q.; TAN, C.S. Effects of selected conditioners and tillage on the physical quality of a clay loam soil. **Canadian Journal of Soil Science**, Ottawa, v. 83, n. 4, p. 381–393, Aug. 2003.

RODRIGUES, S.; SILVA, A.P. da; GIAROLA, N.F.B.; ROSA, J.A. Permeabilidade ao ar em Latossolo Vermelho sob diferentes sistemas de manejo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 35, n. 1, p. 105–114, 2011.

ROSCOE, R.; MACHADO, P.L.O.A. **Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica**. Dourados: Embrapa Agropecuária Oeste; Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002. 86p.

SANTOS, L.A.C. dos; CAMPOS, M.C.C.; AQUINO, R.E. de; BERGAMIN, A.C.; SILVA, D.M.P. da; MARQUES JUNIOR, J.; FRANÇA, A.B.C. Caracterização de terras pretas arqueológicas no Sul do Estado do Amazonas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 37, n. 4, p. 825–836, 2013.

SCHMIDT, M. J.; RAPP PY-DANIEL, A.; DE PAULA MORAES, C.; VALLE, R. B. M.; CAROMANO, C. F.; TEXEIRA, W. G.; BARBOSA, C. A.; FONSECA, J. A.; MAGALHÃES, M. P.; SILVA DO CARMO SANTOS, D.; DA SILVA E SILVA, R.; GUAPINDAIA, V. L.; MORAES, B.; LIMA, H. P.; NEVES, E. G.; HECKENBERGER, M. J. Dark Earths and the Human Built Landscape in Amazonia: A Widespread Pattern of Anthrosol Formation. **Journal of Archaeological Science**, Londres, v. 42, p. 152–165, 2014.

SILVA, Á.P. da; LEÃO, T.P.; TORMENA, C.A.; GONÇALVES, A.C.A. Determinação da permeabilidade ao ar em amostras indeformadas de solo pelo método da pressão decrescente. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 33, n. 6, p. 1535–1545, 2009.

SILVA, É.A. da; OLIVEIRA, G.C. de; SILVA, B.M.; CARDUCCI, C.E.; AVANZI, J.C.; SERAFIM, M.E. Aggregate stability by the “high energy moisture characteristic” method in an Oxisol under differentiated management. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 38, n. 5, p. 1633–1642, 2014.

SILVA, L.C.R.; CORRÊA, R.S.; DOANE, T.A.; PEREIRA, E.I.P.; HORWATH, W.R. Unprecedented carbon accumulation in mined soils: the synergistic effect of resource input and plant species invasion. **Ecological Applications**, Washington, v. 23, n. 6, p. 1345–1356, 2013.

SILVA, L.C.R.; DOANE, T.A.; CORRÊA, R.S.; VALVERDE, V.; PEREIRA, E.I.P.; HORWATH, W.R. Iron-mediated stabilization of soil carbon amplifies the benefits of ecological restoration in degraded lands. **Ecological Applications**, Washington, v. 25, n. 5, p. 1226–1234, 2015.

SIX, J.; ELLIOTT, E. T.; PAUSTIAN, K.; DORAN, J. W. Aggregation and Soil Organic Matter Accumulation in Cultivated and Native Grassland Soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 62, n. 5, p. 1367, 1998.

SIX, J.; BOSSUYT, H.; DEGRYZE, S.; DENEFF, K. A history of research on the Link between (micro)aggregates, soil biota, and soil organic matter dynamics. **Soil and Tillage Research**, Amsterdam, v. 79, n. 1, p. 7–31, 2004.

SIX, J.; CALLEWAERT, P.; LENDERS, S.; DE GRYZE, S.; MORRIS, S.J.; GREGORICH, E.G.; PAUL, E.A.; PAUSTIAN, K. Measuring and understanding carbon storage in afforested soils by physical fractionation. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 66, n. 6, p. 1981, 2002.

SIX, J.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E.T.; COMBRINK, C. Soil structure and organic matter. I. Distribution of aggregate-size classes and aggregate-associated carbon. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, n. 2, p. 681, 2000.

SANTOS, L. A. C. dos; CAMPOS, M. C. C.; AQUINO, R. E. de; BERGAMIN, A. C.; SILVA, D. M. P. da; MARQUES JUNIOR, J.; FRANÇA, A. B. C. Caracterização de terras pretas arqueológicas no sul do estado do Amazonas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 37, n. 4, p. 825–836, 2013.

SOMBROEK, W.G. **Amazon soils**: a reconnaissance of the soils of the Brazilian Amazon region. Wageningen: Centre for Agricultural Publication and Documentation, 1966. 292 p. (Agricultural Research Reports, 672)

TEIXEIRA, W.G.; MARTINS, G.C. Soil physical characterization. In: LEHMANN, J.; KERN, D.C.; GLASER, B.; WOODS, W.I. (Eds). **Amazonian Dark Earths**: origin properties management. Dordrecht; Boston: Kluwer Academic, 2003. p. 271–286.

TEIXEIRA, W.G.; MARTINS, G.C.; MACEDO, R.S.; NEVES JUNIOR, A.F.; MOREIRA, A.; BENITES, V.M.; STEINER, C. As propriedades físicas e hídricas dos horizontes antrópicos das Terras Pretas de Índio na Amazônia Central. In: TEIXEIRA, W.G.; KERN, D.C.; MADARI, B.E.; LIMA, H.N. de; WOODS, W. (Eds.). **As Terras Pretas de Índio da Amazônia**: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas. Manaus: Embrapa Amazônia Oriental, 2009. p. 242–250.

TISDALL, J.M.; OADES, J.M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 33, n. 2, p. 141–163, 1982.

ULERY, A.L.; GRAHAM, R.C. Forest fire effects on soil color and texture. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 57, n. 1, p. 135, 1993.

VAN GENUCHTEN, M.T. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. Madison, **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 44, p. 892-898, 1980.

VON LÜTZOW, M.; KÖGEL-KNABNER, I.; EKSCHMITT, K.; FLESSA, H.; GUGGENBERGER, G.; MATZNER, E.; MARSCHNER, B. SOM fractionation methods: relevance to functional pools and to stabilization mechanisms. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 39, n. 9, p. 2183–2207, 2007.

WARRICK, A.W.; NIELSEN, D.R. Spatial variability of soil physical properties in the field. In: HILLEL, D. (Ed.). **Applications of soil physics**. New York: Academic Press, 1980. p. 319-344.

WOODS, W.I.; MCCANN, J.M. The anthropogenic origin and persistence of Amazonian Dark Earths. **Yearbook. Conference of Latin Americanist Geographers**, Austin, v. 25, p. 7–14, 1999.