

Caracterização térmica de ácidos húmicos e fúlvicos em amostras de biofertilizantes

J.S.P. Daniel¹, A.M. Brondi¹, V.X. Monteiro de Castro¹, J.S. Garcia¹, M. G. Trevisan^{1,*}

¹Laboratório de Análise e Caracterização de Fármacos e Formulações – LACFar, Instituto de Química, Universidade Federal de Alfenas, Alfenas, Minas Gerais, Brasil.

Received 30/07/2014; accepted 04/09/2014
Available online 30/12/2014

Abstract

Currently Brazil is the world's largest exporter of poultry accounting for 41% of the chicken market, with a steady increase in production. However, all this production has impact on the environment with a higher volume of waste. Improper disposal of waste compromises the environment and public health, and in the absence of recycling, waste of your potential energy and fertilizer. In this paper, fertilizers from poultry manure, peat and mineral patterns of humic and fulvic acid were characterized by thermogravimetry and X-ray diffraction, identifying the profile of raw materials in organic and its inorganic fraction. It has also been reported a method to increase the fraction of humic materials. The results demonstrated the possibility of thermal analysis techniques for the efficient characterization of organic field-organic fertilizers and differentiation of humic and fulvic acids.

Keywords: soil organic matter, fulvic acid, humic acid, peat.

Resumo

Atualmente o Brasil é o maior exportador mundial de aves respondendo por 41% do mercado de frango, com um aumento constante de produção. Entretanto, toda essa produção tem impacto no meio ambiente com o aumento do volume de dejetos. O descarte inadequado dos dejetos compromete o meio ambiente e saúde pública, e na ausência de reciclagem, perda de seu potencial energético e fertilizante. Neste trabalho, os fertilizantes provenientes de esterco aviário, turfa mineral e padrões de ácido húmico e fúlvico foram caracterizados por termogravimetria e difração de raios X, identificando o perfil de matéria-orgânica nos materiais e sua fração inorgânica. Também foi avaliado um processo para aumentar a fração húmica nos materiais. Os resultados comprovam a possibilidade das técnicas de análise térmica para a caracterização eficiente da matéria-orgânica em fertilizantes orgânicos e diferenciação entre ácidos húmicos e fúlvicos.

Palavras-chave: esterco avícola; turfa; difração de raios X; matéria-orgânica.

1. Introdução

As substâncias húmicas constituem cerca de 90% do carbono orgânico do solo [1]. Elas são produtos de intensa transformação de material orgânico por reações de condensação, demetilação e oxidação em macromoléculas resistentes à degradação biológica [2]. A matéria orgânica humificada presente no solo é o principal fator responsável pela sua capacidade de troca de cátions, favorecendo a formação de complexos organometálicos solúveis, que funcionam como reservatórios de nutrientes, os quais são liberados progressivamente ao longo do cultivo. Assim, as substâncias húmicas são fundamentais na manutenção dos nutrientes no solo, evitando perdas por lixiviação. Além disso, são capazes de ativar rotas bioquímicas específicas, e exercerem influência no crescimento e metabolismo das plantas, dessa forma são extremamente importantes para a manutenção da fertilidade do solo [3].

As principais frações que compõem as substâncias húmicas são: ácidos húmicos, ácidos fúlvicos e humina [4]. Os ácidos húmicos são insolúveis em meio ácido e solúveis em meio alcalino [2]. Seu alto grau de aromaticidade é evidenciado pelas proporções similares de carbono e hidrogênio na molécula. Quando comparado aos ácidos fúlvicos, apresenta maior teor de carbono e menor de oxigênio e praticamente o mesmo teor de hidrogênio, o que significa que, possivelmente, os ácidos húmicos tenham mais grupos aromáticos e menos grupos ácidos do que os ácidos fúlvicos [5]. Por outro lado, os ácidos fúlvicos são solúveis tanto em meio ácido como em meio básico, apresentam maior polaridade do que os ácidos húmicos, possivelmente devido à presença de uma grande quantidade de grupos funcionais derivados do oxigênio, e menor massa molar, além de serem os principais responsáveis pelo transporte de cátions no solo [2, 6]. A humina é uma fração húmica insolúvel, pouco reativa e fortemente ligada à porção mineral do solo. Ela representa a maior parte do carbono

* Corresponding author: Tel.: +55 (35) 3299-1261
E-mail address: trevisan@unifal-mg.edu.br (M. G. Trevisan)

humificado e é utilizada como indicador de estabilidade do solo [2, 6-7]

A quantidade e proporção das frações húmicas no solo tem sido usada com indicador da sua qualidade [4]. No entanto as práticas de plantio, que levam à substituição da vegetação nativa por sistemas agrícolas, com cultivo de um número limitado de espécies, o constante revolvimento do solo e utilização de fertilizantes sintéticos levam a uma rápida perda do carbono orgânico, principalmente da fração de ácidos húmicos, seguida dos ácidos fúlvicos e humina. Essas perdas afetam consideravelmente as propriedades do solo, reduzindo assim sua qualidade e fertilidade [3].

O uso de fertilizantes orgânicos, ou biofertilizantes, provenientes de processos de compostagem é uma alternativa para a recuperação e manutenção da fertilidade dos solos [Humosfera]. A compostagem é um processo de decomposição, mediado por micro-organismos, que transforma a resíduos orgânicos proveniente de atividades rurais, agroindustriais ou urbanas como restos de cultivos, lixo, dejetos da criação de animais (aves, suínos, bovinos), lodo das estações de tratamento, em um composto rico em substâncias húmicas, que pode ser aplicado no solo, a fim de melhorar as suas condições físicas e químicas [3, 8-9].

O tempo de compostagem e a origem do material orgânico utilizado determinam o perfil de substâncias húmicas no biofertilizante obtido. Por isso é importante que, após a obtenção, eles sejam físico-quimicamente caracterizados e assim, tenham suas propriedades húmicas bem conhecidas. Várias metodologias têm sido empregadas para caracterização de biofertilizantes e suas substâncias húmicas tais como análise elementar [9-11], espectroscopia de absorção na região do infravermelho [1, 9, 12], espectroscopia no ultravioleta [10, 13], ressonância magnética nuclear [10, 15] e termogravimetria [1, 11-15]. Apesar das técnicas de análise térmica como termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) fornecerem importantes informações no estudo da matéria-orgânica em solo [16-17], a repetibilidade dos resultados é altamente dependente das condições experimentais utilizadas [18].

O objetivo desse trabalho foi fazer a caracterização térmica por Termogravimetria (TG) de dois biofertilizantes. O primeiro de origem animal, proveniente da compostagem de dejetos avícolas, denominado condicionador de solo e o outro, proveniente de sedimento orgânico de origem vegetal, a turfa. Além disso, fazer a caracterização termogravimétrica das frações húmicas e fúlvicas extraídas antes e após as amostras serem submetidas a um processamento químico com intuito de aumentar a fração húmica. A caracterização das cinzas após calcinação dos biofertilizantes por Difração de Raios X pelo método do pó (DRXP) foi realizada com o objetivo de identificar a fração inorgânica dos fertilizantes estudados.

2. Experimental

2.1. Amostras

Neste estudo foram utilizadas amostras de condicionador de solo (CS), proveniente de esterco avícola (Ovos Lana, Pouso Alto, MG) e turfa (Fertimax Fertilizantes, Boa Esperança, MG). Amostras desses biofertilizantes foram submetidas a um tratamento químico por adição de base, realizado pela empresa Café Brasil Fertilizantes (Alfenas, MG – Brasil) com o objetivo de aumentar e melhorar a sua composição húmica. O procedimento consistiu em pesar 100 g de material e adicionar 30 g de KOH (p.a., Vetec Química Fina Ltda) e acrescentar 200 mL de H₂O destilada. Esta mistura foi deixada sob agitação com auxílio de agitador magnético durante 12 h. Em seguida, foram adicionados 50,5 mL de H₃PO₄ (p.a., Vetec Química Fina Ltda) para ajustar o pH das amostras. Também foram analisadas as frações húmicas e fúlvicas extraídas das amostras de biofertilizante antes e depois do tratamento químico. O processo de extração foi realizado de acordo com o procedimento recomendado pela Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas (IHSS) [19]. Além disso, foram utilizados padrões de referência de ácido húmico (IHSS Pahokee Peat Humic Acid 1S103H) e ácido fúlvico (IHSS Pahokee Peat Fulvic Acid 2S103F), adquiridos junto à IHSS.

2.2. Análise termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizadas em uma Termobalança TG/DTA 7300 (SII Nano Technology, Japão). O intervalo de temperatura foi de 30 a 1100°C para as amostras de biofertilizantes e para os padrões. Devido a suas características intrínsecas, as frações húmicas e fúlvicas extraídas das amostras de biofertilizantes foram avaliadas apenas no intervalo de 30 a 600°C. Em todas as análises foi empregada uma razão de 10 °C min⁻¹, atmosfera dinâmica de ar sintético a 100 mL min⁻¹ e cadinhos de alumina. O equipamento foi calibrado com um padrão de índio para a temperatura e um padrão de alumina para a massa.

2.3. Difração de raios X pelo método do pó

Amostras de condicionador de solo e turfa antes e depois do processamento foram submetidas à calcinação em mufla a 1000°C por 3h. As cinzas resultantes da queima foram recolhidas e analisadas por DRXP. O equipamento utilizado foi o Difrátômetro de raios X Ultima IV (Rigaku, Japão), e a análise foi realizada entre 2° e 55° ângulo 2 θ , 40 kV e 30 mA, com radiação CuK α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$).

3. Resultados e Discussão

3.1. Análise termogravimétrica

Em geral, as substâncias húmicas apresentam três regiões características de perda de massa em análises por TG. Essas perdas acontecem entre 30 e 110 °C, correspondente à perda de água de humidade; 110 e 350 °C, referente à degradação térmica de cadeias alifáticas, reações de descarboxilação e perda de outros grupos funcionais; e entre 350 e 500°C, devido à degradação de núcleos aromáticos mais resistentes [1, 14-15]. Essas faixas podem apresentar pequenos desvios de acordo com o tipo e origem da substância húmica analisada [14].

A Figura 1 apresenta os resultados da análise termogravimétrica dos padrões de ácido húmico e ácido

fúlvico. Com o auxílio das curvas DTG, é possível observar as 3 principais regiões de perda de massa, características das substâncias húmicas. Na curva referente ao ácido húmico, a primeira perda, de 11%, acontece entre 30 e 120 °C; a segunda, de 25%, entre 150 e 350 °C; e a terceira, de 61%, entre 350 e 500 °C, onde é possível observar a sobreposição de picos na DTG, referentes a múltiplas perdas de massa nessa faixa. Já na curva correspondente ao ácido fúlvico, observa-se que a primeira perda, de 13%, ocorre entre 30 e 120 °C; a segunda, de 38%, entre 150 e 330 °C; e a terceira, de 46% entre 330 e 500 °C. A diferença entre as

porcentagens de perda de massa se explica pela diferença estrutural entre os dois compostos. Os ácidos húmicos apresentam maior grau de aromaticidade, isso explica o fato de sua porcentagem de perda de massa na terceira faixa ser maior que a dos ácidos fúlvicos. Além disso, a terceira região de perda de massa do ácido fúlvico inicia-se em uma temperatura menor (330 °C), indicando a presença de compostos mais termo lábeis, que se decompõem até 380°C e menos estruturas aromáticas policíclicas, que se decompõem a temperaturas mais altas (380 a 500 °C) [Moraes 2011, Dell'Abate 2002, Trompowsky 2005].

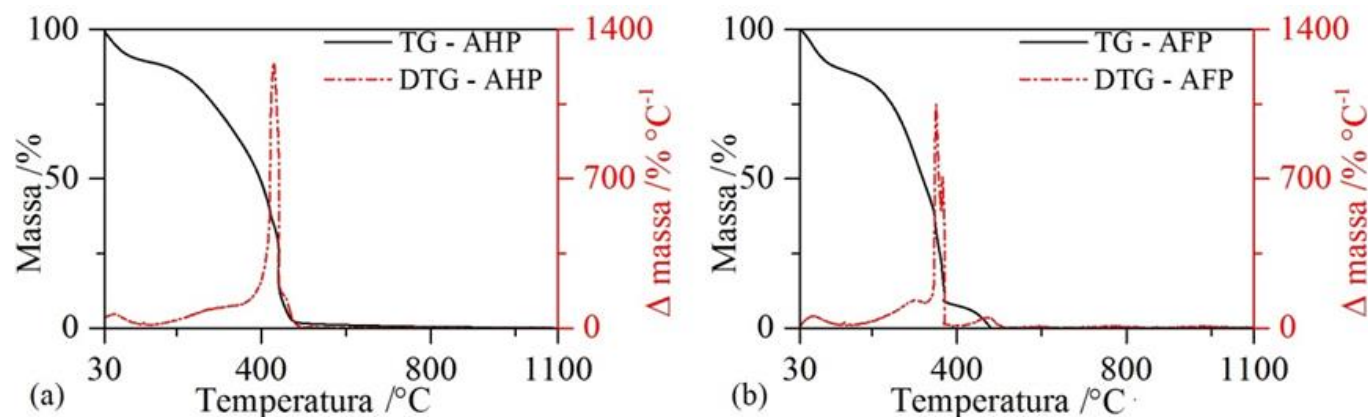


Figura 1 Termogravimetria: a) curvas TG e DTG do ácido húmico padrão (AHP); b) curvas TG e DTG do ácido fúlvico padrão (AFP). Faixa de aquecimento 30 a 1100 °C; razão 10 °C min⁻¹; fluxo de ar sintético 100 mL min⁻¹; cadinho alumina (n=1).

A Figura 2 mostra os resultados das análises termogravimétricas do condicionador de solo e da turfa antes do tratamento químico. Nota-se que a faixa de temperatura da primeira perda de massa estende-se de 30 °C até 170 °C para o condicionador de solo (perda de 6%) e até 180°C para a turfa (perda de 15%), indicando a sobreposição de perda de umidade e compostos voláteis de baixa massa molar, não húmicos, presentes na amostra. A segunda perda de massa (20% para o CS e 14% para a turfa) ocorre até 380 °C para ambas as amostras, correspondente à degradação térmica de cadeias alifáticas e grupos funcionais. A terceira faixa de perda de massa (380 a 500 °C) corresponde a uma perda de 12% na amostra de CS e 24% na amostra de turfa. A faixa de temperatura acima de 500 °C corresponde à perda de massa referente a compostos não húmicos presentes nas

amostras. De acordo com esses resultados, pode-se inferir que o CS avícola é mais rico em ácidos fúlvicos do que a turfa, por apresentar maior perda de massa na região de perda alifática, normalmente mais acentuada nos ácidos fúlvicos, como demonstrado na análise do padrão (Figura 1b). Enquanto a turfa seria mais rica em ácidos húmicos do que o CS, por apresentar maior perda de massa na região atribuída a compostos aromáticos, normalmente mais acentuados nos ácidos húmicos, como demonstrado na análise do padrão (Figura 1a). Observa-se ainda que a amostra de CS apresentou 52% de resíduo, enquanto a turfa apresentou 47%. Esses resíduos correspondem à fração inorgânica dos biofertilizantes, logo a turfa apresenta maior teor de matéria orgânica do que o CS.

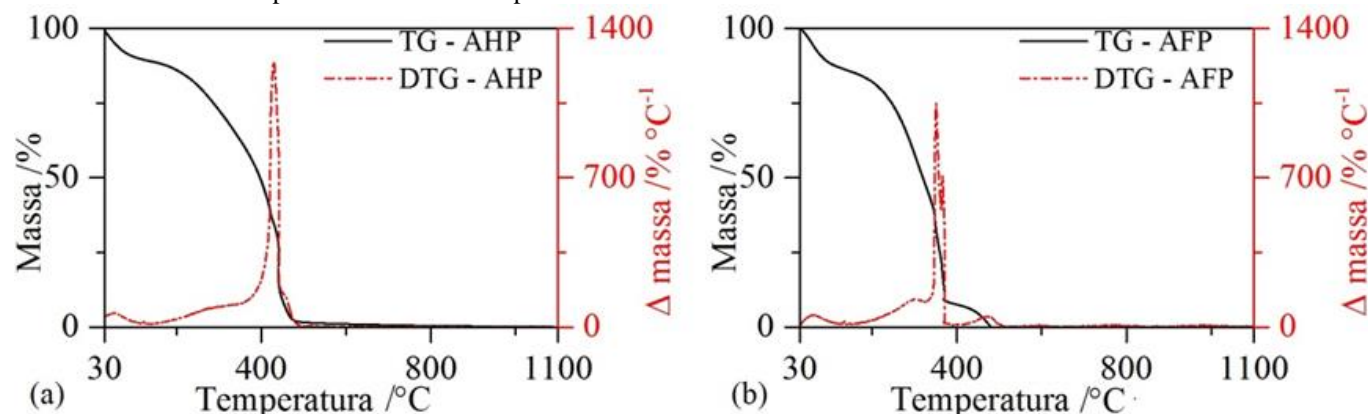


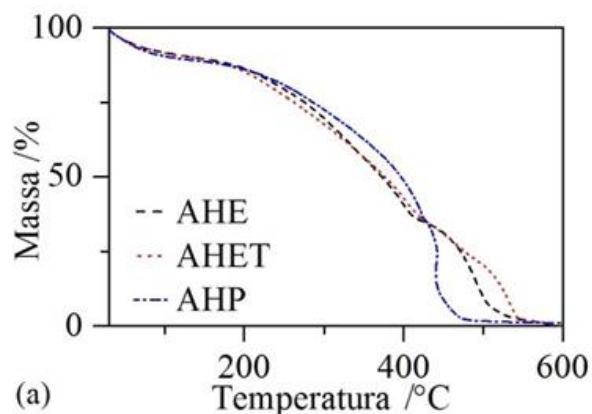
Figura 2 Termogravimetria: a) curvas TG e DTG de CS; b) curvas TG e DTG de turfa. Faixa de aquecimento 30 a 1100 °C; razão 10 °C min⁻¹; fluxo de ar sintético 100 mL min⁻¹; cadinho alumina (n=1).

As curvas TG dos ácidos húmicos extraídos do CS avícola e da turfa, antes e depois do tratamento, estão apresentadas na Figura 3. Observa-se que as curvas TG,

antes e após o tratamento, de ambas as amostras apresentaram perfil semelhante de perda de massa entre si. A maior proporção de perda de massa foi observada na faixa

entre 350 e 600 °C, o que está de acordo com os encontrados na literatura [1, 12-13].

Para as amostras de CS e CS tratado quimicamente (Figura 3a) as três regiões de perda de massa são: de 30 a 120 °C, perda de 10%; de 120 a 350 °C, perda de 34%; e de 350 a 550 °C, perda de 56%. Ao se comparar com padrão obtido na ISSH, essas amostras apresentaram maior proporção de compostos alifáticos (no padrão perda de 25%) e menor proporção de compostos aromáticos (no padrão perda de 61%). Por outro lado, nota-se a presença de maior quantidade de núcleos aromáticos policíclicos nas amostras de CS, uma vez que os compostos da última faixa foram mais resistentes à degradação que pode ser observado pelo aumento de temperatura de degradação (acima de 450 °C) nessa faixa.



Nas amostras de turfa (Figura 3b) as perdas de massa foram: 30 a 120 °C, perda de 11%; de 120 a 350 °C, perda de 26%; e de 350 a 550 °C, perda de 63%. As proporções de perda de massa foram similares às apresentadas pelo padrão, no entanto, na região de perdas aromáticas os compostos são mais termos resistentes do que no padrão, de forma semelhante às amostras de CS.

Benites et al 2005 estudaram o perfil termogravimétrico de ácidos húmicos extraídos de terra preta proveniente de solos rochosos brasileiros de alta altitude. Eles demonstram perfil semelhante aos extraídos de turfa e CS, com maior resistência à termodegradação na última faixa de perda de massa, atribuída à presença de núcleos aromáticos policíclicos [12].

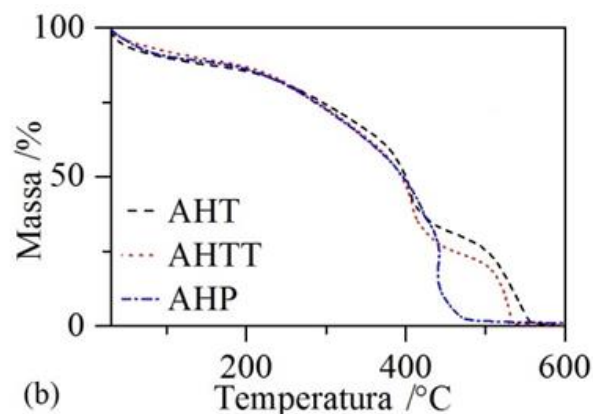


Figura 3 Termogravimetria: curvas TG de a) AHE = ácido húmico de CS, AHET = ácido húmico de CS tratado, AHP = ácido húmico padrão; b) AHT ácido húmico de turfa, AHTT = ácido húmico de turfa tratada, AHP = ácido húmico padrão. Faixa de aquecimento 30 a 600 °C; razão 10 °C min⁻¹; fluxo de ar sintético 100 mL min⁻¹; cadinho alumina (n=1).

Os resultados para os ácidos fúlvicos extraídos das amostras de CS e turfa, antes e depois do tratamento, estão apresentados na Figura 4. Observa-se que para as amostras antes do tratamento, as perdas de massa na região de substâncias húmicas foram pequenas (da ordem de 30%), indicando baixas concentrações de ácidos fúlvicos nos biofertilizantes, e a presença de compostos não húmicos, referentes a impurezas provenientes do processo de extração. Na Figura 4a, nota-se que amostra de ácido fúlvico extraída do CS antes do tratamento foi estável até 300 °C e que perdeu 30% de massa na região de 300 a 500 °C referente à degradação do ácido fúlvico e 70% na temperatura acima de 500 °C, referente a compostos não húmicos. Na amostra extraída do CS tratado a faixa de perda de massa na região de compostos não húmicos diminuiu de 70% para 7%, e a região de perdas húmicas apresentou as três faixas características de perda de massa: de 30 a 120 °C, perda de 7%; de 120 a 350 °C, perda de 42%; de 350 a 500 °C, perda de 44%. O acentuado aumento na perda de massa na região de 120 a 500 °C, característica de perdas húmicas, indica

que o tratamento contribuiu para o aumento do percentual de ácidos fúlvicos na amostra de CS.

Para o ácido fúlvico extraído da turfa antes do tratamento, as regiões de perdas de massa foram: de 30 a 120 °C, perda de 5%; de 120 a 350 °C, perda de 10%; de 350 a 500 °C, perda de 16%; de 500 a 600 °C, perda de 69%. Após o tratamento, as perdas foram: de 30 a 120 °C, perda de 3%; de 120 a 350 °C, perda de 13%; de 350 a 500 °C, perda de 30%; de 500 a 600 °C, perda de 54%. Esses resultados demonstraram que efeito positivo no percentual de ácido fúlvico também pôde ser observado na amostra de turfa tratada em relação à turfa antes do tratamento, no entanto, em menor intensidade (Figura 4b).

As perdas de massa na região de perda alifática nos ácidos fúlvicos extraídos de turfa e de CS após o tratamento químico foram maiores do que as perdas dos ácidos húmicos nessa mesma região. Esse resultado condiz com os dados apresentados em outros estudos de perfil térmico de substâncias húmicas [1, 12-13].

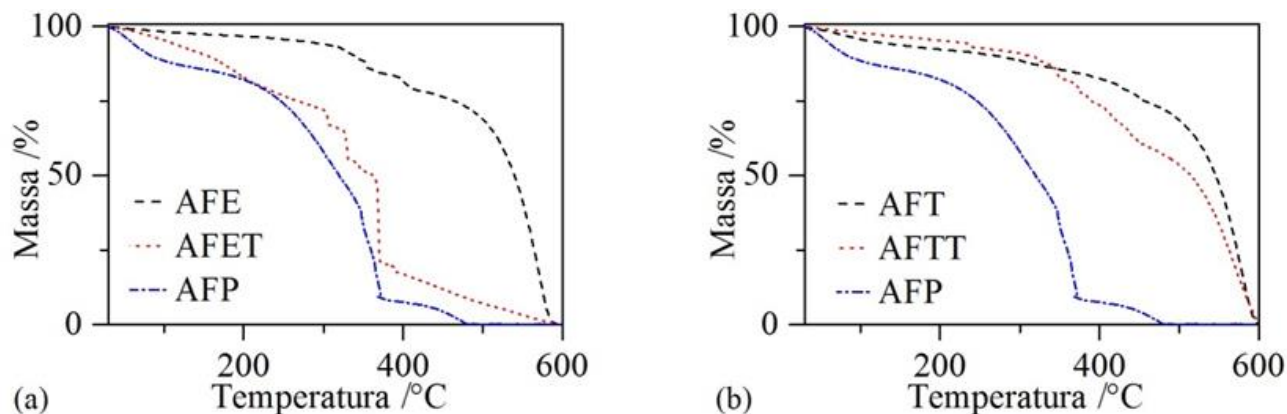


Figura 4 Termogravimetria: curvas TG de a) AFE = ácido fúlvico de CS, AFET = ácido fúlvico de CS tratado, AFP = ácido fúlvico padrão; b) AFT ácido fúlvico de turfa, AFTT = ácido fúlvico de turfa tratada, AFP = ácido fúlvico padrão. Faixa de aquecimento 30 a 600 °C; razão 10 °C min⁻¹; fluxo de ar sintético 100 mL min⁻¹; cadinho alumina (n=1).

Para avaliação da composição inorgânica das amostras, procedeu-se a queima em atmosfera oxidante (ar sintético) à 600°C por 3 horas. Após a queima, as cinzas foram pulverizadas em gral de ágata e tamisadas à 200 mesh, obtendo-se os respectivos difratogramas. Os difratogramas foram comparados com a biblioteca ICDD através do software Match! [20]. As cinzas da turfa apresentaram dois picos difratométricos com maior intensidade (Figura 5a), 22,8 e 26,7 com intensidades 33,5% e 90,7%, respectivamente. Na comparação com o banco de dados difratométricos, a amostra de turfa apresentou similaridade de 97,6% com quartzo (óxido de silício – SiO₂).

Os 3 principais picos observados nas cinzas da amostra de CS foram 30,1; 32,6; e 44,9, com intensidades de 60,7%; 87,3% e 25,4%, respectivamente (Figura 5b). Na comparação com o banco de dados difratométricos, a amostra CS apresentou similaridade de 76,1% com calcita (carbonato de cálcio– CaCO₃) e óxido de cálcio (CaO). No entanto, também foram observados picos de quartzo, silvita (KCl) e óxido de fósforo (P₂O₅), evidenciando que a amostra CS é mais rica em elementos essenciais ao solo [21-23].

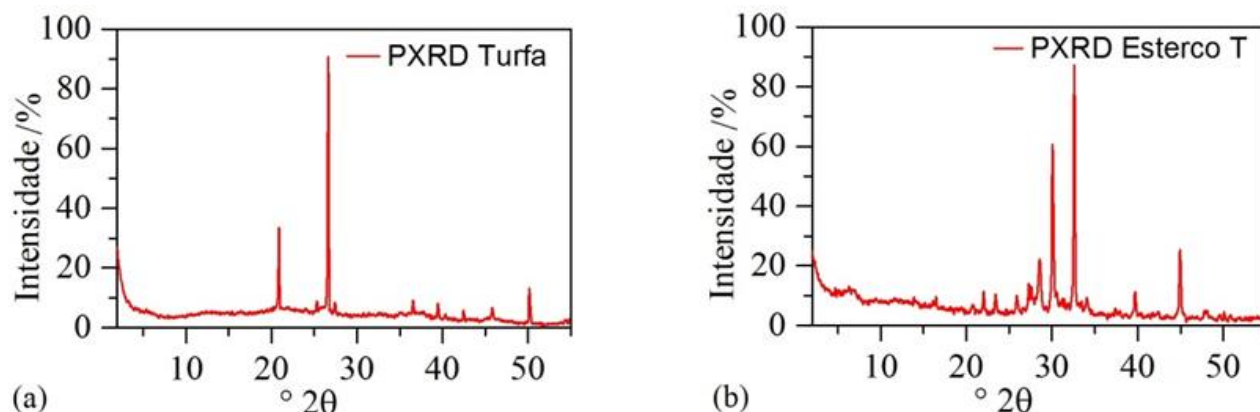


Figura 5 Difratogramas de raios X das cinzas de a) Turfa e b) CS obtidos entre 2° e 55° 2θ, 40kV e 30 mA.

4. Conclusões

Os resultados mostram a presença de diferentes ácidos húmicos nas amostras estudadas. A composição físico-química dos ácidos húmicos e fúlvicos presentes na turfa e biofertilizante de origem aviária é diferente. O processo utilizado para aumentar a fração húmica dos biofertilizantes foi eficaz, gerando ácidos de menor tamanho molecular. Tanto a turfa quanto o biofertilizante apresentam cerca de 50% de fração orgânica termolábil, sendo o CS avícola mais rico em ácidos fúlvicos do que a turfa. A maior fração inorgânica encontrada na turfa analisada é proveniente de óxido de silício, enquanto que a amostra de condicionador de solo é mais rica, apresentando elementos como cálcio, potássio e fósforo. Ambos os materiais apresentam teores de carbono adequados ao enriquecimento de solos deteriorados.

Agradecimentos

Os autores agradecem exclusivamente à Fundação de Amparo de pesquisa do Estado de Minas Gerais - FAPEMIG (Processo APQ-04835-10) pelo apoio financeiro.

Referências

- [1] Moraes GM, Xavier FAZ, Mendonca ES, Filho JAA, Oliveira TS. Chemical and structural characterization of soil humic substances under agroforestry and conventional systems. R. Bras. Ci. Solo. 2011;35(5) 1597-1608.
- [2] Canellas LP, Santos GD, Rumjanek VM, Moraes AA, Guridi F. Distribution of the organic matter and humic acid characteristic in soils with addition of

- residues of urban origin. *Pesq. Agrop. Bras.* 2001;36(12) 1529-1538.
- [3] Canellas LP, Santos GA (Eds). *Humosfera: tratado preliminar sobre a química das substâncias húmicas*. Ed. UENF. 2005. Disponível em <http://www.uenf.br/Uenf/Pages/CCTA/Lsol/> Acesso em 25 jun. 2013.
- [4] Fontana A, Pereira MG, Nascimento GB, Anjos LHC, Ebeling AG. Organic matter in tableland soils from the north region of RJ. *Floresta e Ambiente.* 2001;8(1) 114-119.
- [5] Parvan L, Dumitru M, Sirbu C, Cioroianu T. Fertilizer with humic substances. *Rom. Agric. Res.* 2013;30 205-212.
- [6] Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Extração e fracionamento quantitativo de substâncias húmicas do solo: um procedimento simplificado de baixo custo. Comunicado Técnico. 2003;16 1-7.
- [7] Ebeling AG, Anjos, LHC, Pereira MG, Pinheiro EFM, Valladares GS. Humic substances and relationship to soil attributes. *Bragantia.* 2011;70(1) 157-165.
- [8] Silva FAM, Guerrero-Lopez F, Villas-Boas RL, Silva RB. Conversion of organic matter into humic substances after composting of remains plants. *Rev. Bras. Agroecologia* 2009;4(1) 59-66.
- [9] Castilhos RMV, Dick DP, Castilhos DD, Morselli TBAG, da Costa PFP, Casagrande WB, da Rosa CM. Distribution and characterization of humic substances in animal and plant vermicompost. *R. Bras. Ci. Solo.* 2008;32 2669-2675.
- [10] Guangxia QI, Dongbei YUE, Yongfeng NIE. Characterization of humic substances in bio-treated municipal solid waste landfill leachate. *Front. Environ. Sci. Eng.* 2012;6(5) 711-716.
- [11] Cunha TJJ, Madari BE, Benites VM, Canellas LP, Novotny EH, Moutta RO, Trompowsky PM, Santos GA. Chemical fractionation of organic matter and humic acid characteristic in anthropogenic dark earth soils of brazilian amazonic region. *Acta Amazonica.* 2007;37(1) 91-98.
- [12] Benites VM, Mendonca ES, Schaefer CEGR, Novotny EH, Reis EL, Ker, JC. Properties of black soil humic acids from high altitude rocky complexes in Brazil. *Geoderma* 2005;127(1-2) 104-113.
- [13] Coelho MS, Mendonca ED, de Lima PC, Guimaraes GP, Cardoso IM. Quality of soil organic matter under coffee intercropped with green manure. *R. Bras. C. Solo.* 2013;37(6) 1576-1586.
- [14] Trompowsky PM, Benites VM, Madari BE, Pimenta AS, Hockaday WC, Hatcher PG. Characterization of humic like substances obtained by chemical oxidation of eucalyptus charcoal. *Org. Geochemistry* 2005 36(11) 1480-1489.
- [15] Dell'Abate MT, Benedetti A, Trinchera A, Dazzi C. Humic substances along the profile of two Typic Haploxerert. *Geoderma.* 2002;107(3-4) 281-296.
- [16] Kucerik J, Ctvrtnickova A, Siewert C. Practical application of thermogravimetry in soil science. Part 1. Thermal and biological stability of soils from contrasting regions. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2013;113(3) 1103-1111.
- [17] Kucerik J, Siewert C. Practical application of thermogravimetry in soil science. Part 2. Modeling and prediction of soil respiration using thermal mass losses. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2014;116(2) 563-570.
- [18] Fernandez JM, Plante AF, Leifeld J, Rasmussen C. Methodological considerations for using thermal analysis in the characterization of soil organic matter. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2011;104(1) 389-398
- [19] International Humic Substances Society - IHSS. Natural Organic Matter Research. Disponível em: <http://www.humicsubstances.org/soilhafa.html> Acesso em 25 jun. 2013.
- [20] Match! pacote de software versão 1.11e (Crystal impact GbR, Bonn, Alemanha), suportado por banco de dados de PDF-2 (ICDD – International Centre of Diffraction Data, Newtown Square, PA).
- [21] Joseph P, Tretsiakova-McNally S, McKenna S. Characterization of cellulosic wastes and gasification products from chicken farms. *Waste Manage.* 2012;32(4) 701-709.
- [22] Koutcheikoa S, Monrealb CM, Kodamab H, McCrackena T, Kotlyara L. Preparation and characterization of activated carbon derived from the thermo-chemical conversion of chicken manure. *Bioresource Technol.* 2007;98(13) 2459–2464.
- [23] Singh B, Singh BP, Cowie AL. Characterisation and evaluation of biochars for their application as a soil amendment. *Aust. J. Soil Res.* 2010;48(6-7) 516-525.