



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS, NATURAIS E DA SAÚDE - CCENS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA



KEYLA BENDIA PIRES

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE BIOCHARS PROVENIENTES DE
LODO DE ESGOTO: INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TEMPERATURAS DE
PIRÓLISE E ATMOSFERAS**

ALEGRE - ES

2024

KEYLA BENDIA PIRES

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE BIOCHARS PROVENIENTES DE LODO DE ESGOTO: INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TEMPERATURAS DE PIRÓLISE E ATMOSFERAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Agroquímica, na área de concentração Química Ambiental

Orientador: Prof. Dr. Pedro Alves Bezerra
Morais

Coorientador: Prof. Dr. Diego Lang Burak

ALEGRE - ES

2024

Pires, Keyla Bendia, 1985-

P667c Caracterização físico-química de biochars provenientes de lodo de
esgoto: influência de diferentes temperaturas de pirólise e atmosferas. /
Keyla Bendia Pires. - 2024. 102 f.: il.

Orientador: Pedro Alves Bezerra Moraes.

Coorientador: Diego Lang Burak.

Dissertação (Mestrado em Agroquímica) - Universidade Federal do
Espírito Santo, Centro de Ciências Exatas, Naturais e da Saúde.

1. Biomassa. 2. Resíduos sólidos. 3. Lodo residual. 4. Lodo residual
como fertilizante. 5. Adubos e fertilizantes orgânicos. I. Moraes, Pedro Alves
Bezerra. II. Burak, Diego Lang. III. Universidade Federal do Espírito Santo.
Centro de Ciências Exatas, Naturais e da Saúde. IV. Título.

CDU: 631.41


KEYLA BENDIA PIRES

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE BIOCHARS PROVENIENTES DE
LODO DE ESGOTO: INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TEMPERATURAS DE
PIRÓLISE E ATMOSFERAS**


Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Agroquímica, na área de concentração Química Ambiental, sob orientação do professor Dr. Pedro Alves Bezerra Moraes e coorientação do professor Dr. Diego Lang Burak.

Aprovado em: 21 de março de 2024


COMISSÃO EXAMINADORA:

Documento assinado digitalmente
 **PEDRO ALVES BEZERRA MORAIS**
Data: 25/03/2024 08:59:49-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Pedro Alves Bezerra Moraes
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Documento assinado digitalmente
 **RAFAEL DE QUEIROZ FERREIRA**
Data: 22/03/2024 15:20:55-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Rafael de Queiroz Ferreira
Universidade Federal do Espírito Santo

Documento assinado digitalmente
 **RENATO RIBEIRO PASSOS**
Data: 22/03/2024 15:57:23-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Renato Ribeiro Passos
Universidade Federal do Espírito Santo

Dedico a minha mãe Maria José e minha filha Clarice, que me encorajaram durante toda caminhada.

AGRADECIMENTOS

Com profunda gratidão, agradeço primeiramente a Deus e a Nossa Senhora Aparecida, cuja generosidade me sustentou todos os dias, permitindo-me superar desafios e celebrar vitórias ao longo desta jornada acadêmica;

Guardo com carinho e respeito a memória de meu saudoso pai, Magno Luiz Ciciliotti Pires. Estou convencida de que, de sua morada celestial, ele recebe meus sinceros agradecimentos;

À minha mãe, Maria José Bendia Pires, tem sido o pilar que sustenta meu ânimo frente às adversidades, fundamental para que eu alcançasse este momento tão esperado;

À minha querida filha, Clarice Bendia Pires Diniz Moreira, ilumina minha vida, transformando cada obstáculo em uma oportunidade de crescimento e trazendo alegria aos meus dias. Ela é a inspiração por trás de cada passo que dou, o bem mais precioso que motiva meu empenho em construir um futuro promissor para ambas;

Agradeço imensamente ao Professor Dr. Alfredo Gonçalves Cunha, do Laboratório de Plasma Térmico, por seu suporte inestimável e orientação decisiva, que foram essenciais para meu amadurecimento pessoal e acadêmico. Estendo esses agradecimentos aos técnicos do Laboratório de Materiais Carbonosos, especialmente a Daniel Cipriano e Messias Bicalho Cevolani, por sua assistência dedicada;

Meu reconhecimento se estende aos professores Dr. Pedro Bezerra e Dr. Diego Burak, cuja acolhida e estímulo foram fundamentais para minha trajetória. Agradeço também ao Dr. Demetrius Profeti, à Dra. Luciene Profeti, ao Dr. Renato Passos, ao Dr. Rafael Ferreira e aos demais membros do corpo docente, assim como aos funcionários e colaboradores da Universidade Federal do Espírito Santo, nos campi de Alegre e Vitória, com um agradecimento especial à secretária Cíntia Lírio, por sua excepcional gentileza e compromisso;

Expresso minha sincera gratidão aos laboratórios Laquam, Luccar, LPT, LMC e Labpetro, fundamentais na realização das análises que apoiaram esta pesquisa;

Por fim, mas não menos importante, agradeço a BRK Ambiental, em particular ao Paulo Breda e Leonardo, pela concessão das amostras. E, a CAPES pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento desta produção científica acadêmica.

“Na natureza nada se cria, nada se perde, tudo se transforma”

Antoine-Laurent de Lavoisier

RESUMO

PIRES, Keyla. **Caracterização Físico-Química De Biochars Provenientes De Lodo De Esgoto: Influência De Diferentes Temperaturas De Pirólise E Atmosferas.** 2024. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, ES. Orientador: Pedro Alves Bezerra Morais.

Este estudo, motivado pelo crescimento populacional e pelos desafios ambientais resultantes, foca no desenvolvimento de soluções sustentáveis para o tratamento de lodo de esgoto (LE). O objetivo principal foi a produção de biochar derivado do LE de três localidades na região sul do Espírito Santo, Brasil, produzidos por meio de pirólise em temperaturas de 350 °C, 550 °C e 750 °C, sob atmosferas com fluxo de argônio e outra sem fluxo de argônio. A disponibilidade dos elementos como potássio, sódio, cálcio, magnésio e manganês, no biochar, foi avaliada por Absorção Atômica (AAS), sendo que as amostras foram preparadas por três métodos distintos de extração ácida, para análise nutricional. Os resultados obtidos por AAS, indicaram dados significativos para a disponibilidade pseudo-total de potássio em Cachoeiro, a 550 °C sob atmosfera de argônio, alcançando 15 g/kg, e cálcio em Itaoca a 750 °C sob atmosfera de oxigênio, alcançando 30 g/kg. Em Pacotuba, a disponibilidade percentual de cálcio atingiu 47%, a 750 °C em atmosfera de oxigênio. A disponibilidade percentual de manganês em Pacotuba também foi significativa, atingindo 25%, a três temperaturas de tratamento em atmosfera de argônio. A segunda parte envolveu uma análise qualitativa por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EDS, difração de raios X e espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR). Na difração de raios X a análise revelou a formação de estruturas turbostráticas de carbono e formações de estruturas cristalinas de compostos inorgânicos. Imagens de MEV mostraram um núcleo mais escuro da partícula, indicativo de carbono, enquanto óxidos inorgânicos, mais claros, aderidos à superfície. A análise por FT-IR revelou a presença de estruturas como grupos hidroxila e estiramentos C-H no comprimento de onda entre 4000 a 3500 cm^{-1} . Este estudo contribui significativamente para a gestão ambiental de práticas agrícolas sustentáveis, pois o biochar é um bom condicionador de potássio e cálcio.

Palavras-chave: Lama de Depuração. Biomassa. Gestão sustentável de resíduos. Insumo agrícola.

ABSTRACT

PIRES, Keyla. **Physical and Chemical Characterisation of Biochars from Sewage Sludge: Influence of Different Pyrolysis Temperatures and Atmospheres**. 2024. Dissertation (Master's in Agrochemistry) - Federal University of Espírito Santo, Alegre, ES. Advisor: Pedro Alves Bezerra Morais.

This research study, driven by population growth and the ensuing environmental challenges, is dedicated to exploring sustainable solutions for the treatment of sewage sludge (SS). The principal objective was to generate biochar derived from SS at three distinct locations within the southern region of Espírito Santo, Brazil. The pyrolysis process was conducted at temperatures of 350, 550, and 750°C in the presence or absence of argon flow. Atomic absorption spectroscopy (AAS) was utilized to assess the biochar's elemental composition, employing three distinct acid extraction methodologies for the nutritional analysis. The results obtained by AAS indicated significant data for the pseudo-total availability of potassium in Cachoeiro, at 550 °C under an argon atmosphere, reaching 15 g/kg, and calcium in Itaoca at 750 °C under an oxygen atmosphere, reaching 30 g/kg. In Pacotuba, the percentage availability of calcium reached 47% at 750 °C in an oxygen atmosphere. The percentage availability of manganese in Pacotuba also exhibited a significant result, reaching 25% at three treatment temperatures in an argon atmosphere. The second phase entailed a qualitative analysis employing scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffraction, and Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR). X-ray diffraction analysis revealed the formation of turbostratic carbon structures and the formation of crystalline structures of inorganic compounds. Scanning electron microscopy (SEM) images demonstrated that the particle's interior consisted of a dark core indicative of carbon, while lighter inorganic oxides adhered to the surface. Fourier transform infrared (FT-IR) analysis revealed the presence of structures such as hydroxyl groups and C-H stretches at wavelengths between 4000 and 3500 cm^{-1} . The present study significantly advances our understanding of environmental stewardship in a context of sustainable agricultural practices. Biochar has been proven to be an efficacious conditioning agent for potassium and calcium, as evidenced by this study.

Keywords: Sewage sludge. Biomass. Sustainable waste management. Agricultural input.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática dos efeitos propostos do biocarvão na lixiviação de nutrientes.	32
Figura 2 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de uma partícula do biochar.	33
Figura 3 - Imagem da microscopia eletrônica de transmissão com ampliação de 100.000X.....	33
Figura 4 –Simulação do mineral de estrutura filossilicato 2:1, do grupo a biotita, classe flogopita substituída OH/F.	38
Figura 5 - Concentração do principal componente da flogopita.....	39
Figura 6 - Comportamento da estrutura da partícula turbostrática.....	39
Figura 7 - Estrutura turbostrática.....	40
Figura 8 - Disponibilidade do K em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.....	53
Figura 9 - Disponibilidade do Na em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.....	55
Figura 10 - Disponibilidade do Ca em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.....	57
Figura 11 - Disponibilidade do Mg em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.....	60
Figura 12 - Disponibilidade do Mn em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.....	63
Figura 13 - Gráfico com os espectros de difração das amostras que apresentaram as maiores concentrações de cada elemento.	67
Figura 14 - Gráfico com os espectros de difração de raios X das amostras coletadas em Cachoeiro de Itapemirim, na temperatura de 750 °C e em duas atmosferas.	70
Figura 15 - Gráfico com os espectros de difração de raios X para uma amostra de biochar proveniente de Pacotuba.	71

Figura 16 - Gráfico com os espectros de difração de raios X para uma amostra de biochar proveniente de Itaoca,	72
Figura 17 - Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Cachoeiro e tratada a 750°C.....	74
Figura 18- Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Pacotuba e tratada a 350°C.....	74
Figura 19 - Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Itaoca e tratada a 750 °C.....	75
Figura 20 – Espectro de EDS mostrando a composição elementar da amostra de biochar proveniente de Cachoeiro e tratado a 750 °C, em atmosfera de oxigênio...	77
Figura 21 – Espectro de EDS mostrando a composição elementar da amostra de biochar proveniente de Pacotuba e tratado a 350 °C.....	78
Figura 22 - Espectro EDS mostrando a composição elementar da amostra do biochar proveniente de Itaoca e tratado a 750 °C.....	79
Figura 23 - Imagens de MET das amostras, do biochar proveniente de, Cachoeiro de Itapemirim, tratadas na temperatura de 750°C, em atmosfera de argônio (a) e oxigênio (b).....	80
Figura 24 - Imagens de MET das amostras, do biochar proveniente de Pacotuba e tratada a 350°C.....	81
Figura 25 - Imagens de MET das amostras do biochar proveniente de Itaoca e tratada a 750°C.....	81
Figura 26 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Pacotuba em atmosfera de oxigênio.....	83
Figura 27 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Pacotuba em atmosfera de argônio.....	83
Figura 28- Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Itaoca em atmosfera de oxigênio.....	85
Figura 29 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Itaoca em atmosfera de argônio.....	85

Figura 30 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Cachoeiro em atmosfera de argônio. 86

Figura 31 - Espectro FTIR de amostra tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Cachoeiro em atmosfera de oxigênio. 87

TABELAS

Tabela 1 – Possíveis compostos inorgânicos de difração de raios X gerados:.....	69
Tabela 2 - medidas de EDS, do biochar proveniente de Cachoeiro e tratado a 750 °C, em atmosfera de oxigênio.....	76
Tabela 3 -medidas de EDS, da amostra de biochar proveniente de Pacotuba e tratado a 350 °C, em atmosfera de oxigênio.....	78
Tabela 4 - Medidas de EDS para a amostra de biochar proveniente de Itaoca e tratado a 550 °C.....	79

QUADRO

Quadro 1 - Codificações das amostras empregadas.....	50
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAS	<i>Atomic Absorption Spectroscopy</i>
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i>
B	Boro
C	Carbono
Ca	Cálcio
CaCl ₂	Cloreto de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Cl	Cloro
CO ₂	Dióxido de carbono
Cr	Cromo
Cu	Cobre
EC	<i>Electrical Conductivity</i>
ETEs	Estações de tratamento de esgoto
EPA	Agência de proteção ambiental
Fe	Ferro
H	Hidrogênio
HCl	Ácido clorídrico
K	Potássio
LE	Lodo de esgoto

Mg	Magnésio
MgCl ₂	Cloreto de magnésio
mm	Milímetros
Mn	Manganês
Mo	Molibidênio
N	Nitrogênio
Na	Sódio
NaCl	Cloreto de sódio
NH ₄	Nitrato de amônia
Ni	Níquel
NPK	Nitrogênio, fósforo e potássio
NSW	<i>New South Wales Environment Protection Authority</i>
O	Oxigênio
P	Fósforo
pH	Potencial hidrogeniônico
HAP	Hidrocarbonetos aromáticos policíclicos
PO ₄ ³⁻	íon fosfato
PP	Polipropileno
ppm	Partes por milhão
PVC	<i>Polyvinyl Chloride</i>
rpm	Rotação por minuto

S	Enxofre
SNIS	Sistema de informações sobre saneamento
SO ₄ ⁻	íon sulfato
SSB	<i>Sewage Sludge Biochar</i>
UFES	Universidade Federal do Espírito Santo
Zn	Zinco

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	21
2. JUSTIFICATIVA	23
3. OBJETIVOS	24
3.1 OBJETIVO GERAL	24
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	24
4. REVISÃO DE LITERATURA	25
4.1 CONTEXTUALIZAÇÃO DO BIOCHAR NA AGRICULTURA SUSTENTÁVEL	25
4.1.1 <i>Biochar: origem, evolução e relevância na agricultura sustentável.....</i>	25
4.1.2 <i>Biochar como agente de melhoria do solo</i>	25
4.2. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DE NUTRIENTES NO BIOCHAR	30
4.2.1 <i>Análise de estudos sobre nutrientes</i>	30
4.2.2 <i>Análise de nutrientes em biochar</i>	31
4.2.3 <i>Métodos de análise nutricional e seu impacto nos resultados do biochar</i>	34
4.2.4 <i>Otimização do procedimento para a caracterização de biochar e a recuperação de nutrientes</i>	35
4.2.5 <i>Difração de raios X (DRX)</i>	36
4.2.5 <i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....</i>	42

4.2.6 Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) ..	43
5. METODOLOGIA	45
5.1 COLETA E PREPARO DAS AMOSTRAS	45
5.1.1 Coleta de amostras	45
5.1.2 Secagem das amostras.....	45
5.1.3 Preparação das amostras individuais.....	45
5.2 PRODUÇÃO DO BIOCHAR POR PIRÓLISE.....	46
5.3. EXTRAÇÃO DE NUTRIENTES.....	47
5.3.1 Determinação Disponível.....	47
5.3.2 Determinação pseudo-total.....	48
5.3.3 Determinação relativa.....	48
5.3.1. QUANTIFICAÇÃO DOS ELEMENTOS NO BIOCÁRVÃO PRODUZIDO	49
5.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS.....	49
5.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA NO BIOCHAR.....	51
5.6.1 Difração de raio X.....	51
5.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com (EDS), microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	51
5.6.3 Infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR).....	52
6. RESULTADOS DISCUSSÃO.....	53
6.1 ANÁLISE QUANTIFICATIVA EM BIOCHAR DE LODO DE ESGOTO.....	53

6.1.1 Disponibilidade de potássio (K)	53
6.1.2 Disponibilidade de sódio (Na)	55
6.1.3 Disponibilidade de cálcio (Ca)	56
6.1.4 Disponibilidade de magnésio (Mg)	59
6.1.5 Disponibilidade do manganês (Mn)	62
6.2 ANÁLISE QUALITATIVA DA COMPOSIÇÃO MINERAL EM AMOSTRAS DE BIOCHAR DO LODO DE ESGOTO	67
6.2.1 Medidas de difração de raios X	67
6.2.2 Efeito da atmosfera com relação a três localidades	70
6.2.3 Imagens de MEV	73
6.2.4 Medidas de EDS	76
6.2.5 Medidas de MET	80
6.2.6 Análise elementar do FT -IR	83
7. CONCLUSÃO	89
REFERÊNCIAS	91

1. INTRODUÇÃO

O aumento populacional contínuo gera questões ambientais e sociais crescentes, enfatizando a necessidade de avanços tecnológicos no setor agrícola para assegurar a sustentabilidade da produção, como destacado por Boechat *et al.* (2017). O uso eficiente de recursos subutilizados ou desperdiçados das atividades humanas é uma prática ancorada em princípios de sustentabilidade (Alkharabsheh *et al.*, 2021), como visto na produção abundante de resíduos urbanos, que podem ser uma fonte crucial de adubos orgânicos, minimizando os impactos negativos da sociedade moderna nos ecossistemas (Singh *et al.*, 2020). Nesse contexto, o biochar derivado da biomassa, por meio da pirólise, apresenta-se como uma solução promissora para enfrentar esses desafios de maneira integrada, transformando resíduos orgânicos, como o lodo de esgoto (LE ou SSB, do inglês *sewage sludge biochar*), em recursos valiosos para melhorar a qualidade do solo e promover a agricultura sustentável (Kumi *et al.*, 2020; Liu *et al.*, 2021).

O LE, geralmente descartado em aterros sanitários, possui um potencial significativo como fonte rica em matéria orgânica e nutrientes para a produção de biochar de alta qualidade (Paulino *et al.*, 2019). Assim, a pirólise, processo de decomposição térmica em ambiente controlado, surge como uma alternativa promissora para o tratamento do LE, levando à produção de biochar e subprodutos, como biogás, conforme indicado por Vieira e Alexandre (2014). A composição do biochar, influenciada pela origem do LE, possui métodos de tratamento pré-pirólise e condições de pirólise, como temperatura e atmosferas, determina a distribuição e a disponibilidade de elementos, de acordo com Labegalini (2013), Zhang *et al.* (2014), Panahi *et al.* (2020) e Torchia *et al.* (2022). Além disso, a estrutura porosa do biochar demonstra capacidade significativa de retenção de água e elementos, criando um ambiente propício para o desenvolvimento de microrganismos benéficos ao solo, como destacado por Pereira *et al.* (2019).

O biochar do LE melhora o solo de forma eficaz, beneficiando suas propriedades físicas, químicas e biológicas (Hung *et al.*, 2017). Isso aumenta a produtividade agrícola e reduz a necessidade de fertilizantes químicos (Huang; Yu; Lee, 2022), como também ajuda a mitigar os riscos ambientais do descarte inadequado do lodo (Pereira *et al.*, 2019). Afinal, segundo Rigby *et al.* (2016), a

aplicação de biochar de lodo de esgoto em solos degradados melhora significativamente a qualidade do mesmo, contribuindo para a melhoria na circulação de ar e água e para a liberação de nutrientes para o desenvolvimento vegetal, avançando a biotecnologia e a agronomia de qualidade (Wang *et al.*, 2020). Nos solos de baixa fertilidade, o uso de biochar é particularmente benéfico, visto que os elementos minerais presentes contribuem significativamente para a revitalização desses solos, oferecendo uma alternativa de adubação mais sustentável e minimizando o impacto ambiental, conforme Sizmur *et al.* (2016). Antes da utilização, porém, é essencial realizar a pirólise em altas temperaturas para eliminar organismos patogênicos prejudiciais à saúde humana (Abreu *et al.*, 2019).

Este estudo investiga a hipótese do Biochar LE, obtido pelo tratamento pirolítico em atmosfera de argônio e oxigênio e em temperaturas de 350 °C, 550 °C e 750 °C, ser rico em elementos, como potássio, sódio, cálcio, magnésio e manganês, cruciais para o crescimento vegetal. Desse modo, hipotetiza-se que um aumento da temperatura de pirólise pode influenciar significativamente a disponibilidade desses elementos no biochar, pois a decomposição termoquímica pode favorecer a obstrução de grande parte dos microporos que cobrem as superfícies do material *in natura*, quando pirolisado a 350 °C. Visto em alguns contextos que a estrutura do tipos de biochar pode alterar a disponibilidade dos elementos por modificar as propriedades físico-químicas do solo (Trazzi *et al.*, 2016; Das *et al.*, 2021; Wystalska; Kwarciak-Kozłowska, 2021). Para validar esta hipótese, realizaram-se análises químicas e física visando aferir a viabilidade desses elementos, em contribuir para práticas agrícolas mais sustentáveis.

2. JUSTIFICATIVA

Em 2019, o Brasil tratou cerca de 49,1% do esgoto produzido, gerando anualmente 5,8 bilhões de metros cúbicos de esgoto coletado e mais de 19 toneladas de lodo de esgoto diariamente de acordo com o sistema de informações sobre saneamento (SNIS), no mesmo ano. No entanto, o tratamento adequado desse resíduo é muitas vezes negligenciado devido aos altos custos associados, que podem representar até 50% do orçamento operacional para o tratamento do esgoto (Lima, 2019). Além disso, o descarte inadequado pode resultar na presença de compostos tóxicos, incluindo metais pesados como alumínio, ferro, cobre e chumbo, prejudiciais ao meio ambiente e à saúde humana (Katayama *et al.*, 2015).

A composição do lodo de esgoto, influenciada por vários fatores, inclui cerca de 40% de matéria orgânica, 4% de nitrogênio e 2% de fósforo, além de outros elementos minerais. Isso torna o lodo uma matéria-prima promissora para a produção de biochar com um condicionador de solo com potencial para uso agrícola (Labegalini, 2013).

O lodo de esgoto passa por processos como secagem, higienização e redução de água para torná-lo adequado para a disposição final. Seu manejo inadequado pode causar impactos ambientais e de saúde pública devido a microrganismos patogênicos e metais pesados (Capodaglio; Olsson, 2020; Martins Filho *et al.*, 2021). Para uma conversão em bio sólidos direta no uso agrícola requer tratamento rigoroso e regulamentação, pois a aplicação direta de bio sólidos em solos agrícolas sem estabilização e regulamentação é desaconselhada pelo Ministério da Agricultura, estabelecida pela Instrução Normativa nº 25/2009 (Capodaglio; Olsson, 2020); Bittencourt; Aisse; Serrat, 2017), devido a um manejo que pode causar impactos ambientais e de saúde pública devido a microrganismos patogênicos e metais pesados (Martins Filho *et al.*, 2021). Portanto, a transformação do lodo de esgoto em biochar por pirólise surge como uma alternativa viável para seu uso na agricultura, contribuindo para a sustentabilidade da produção agrícola.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o potencial do biochar, derivado de lodo de esgoto, como condicionador de solo, em relação à composição nutricional do biochar sob diferentes condições de pirólise.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

i. **Síntese de biocarvão:** implementar a produção de biocarvão a partir do lodo de esgoto fornecido pela BRK Ambiental, coletado em três localidades no sul do Espírito Santo, Brasil: Cachoeiro de Itapemirim, Itaoca e Pacotuba, com síntese conduzida em dois tipos de atmosferas sob três diferentes temperaturas;

ii. **Análise Quantificativa:** investigar a disponibilidade de nutrientes, o impacto da atmosfera de argônio e oxigênio, durante a pirólise, na disponibilidade de elementos no biocarvão produzido, com ênfase nos elementos: potássio (K), sódio (Na), cálcio (Ca), magnésio (Mg) e manganês (Mn);

iii. **Análise Qualitativa:** Proceder com a investigação das estruturas principais formadas após a pirólise do material pirolisado, utilizando-se de técnicas, tais como a microscopia de varredura eletrônica, para análise topográfica e composicional, a difração de raios X, com o propósito de identificar estruturas cristalinas, e a espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), para determinação dos grupos funcionais presentes no material resultante.

4. REVISÃO DE LITERATURA

4.1 CONTEXTUALIZAÇÃO DO BIOCHAR NA AGRICULTURA SUSTENTÁVEL

4.1.1 Biochar: origem, evolução e relevância na agricultura sustentável

A história do biochar é, intrinsecamente, ligada à descoberta da terra escura antropogênica na Amazônia, um fenômeno detalhado por Lal (2015), porém não está diretamente ligada apenas por esse fato, visto que nas “Terras Pretas de Índio”, havia também a deposição de cascos de cerâmica. Essas terras pretas são notáveis por sua fertilidade e sua alta concentração de carbono orgânico, diferenciando-se, drasticamente, dos solos mais pobres que predominam na região amazônica (Soares *et al.*, 2022). Estudos sugerem que esses solos foram enriquecidos por atividades humanas antigas, principalmente por intermédio da adição de carvão vegetal e outros materiais orgânicos "resistentes à degradação" ou "difíceis de biodegradar" (Lal, 2015).

Recentemente, a pesquisa moderna redescobriu e redefiniu o conceito do que, hoje, chama-se de biochar: um material carbonizado produzido por pirólise controlada da biomassa, conhecido por sua estrutura porosa e sua capacidade de retenção de água e nutrientes. A técnica de produção de biochar foi revitalizada pela comunidade científica e agrícola devido ao seu potencial na melhoria da fertilidade do solo e na mitigação das emissões de carbono (Labegalini, 2013; Pereira *et al.*, 2019; Alkharabsheh *et al.*, 2021). Reconhecido por melhorar a qualidade do solo, a retenção de elementos minerais e o crescimento das plantas, sua aplicação eficaz não só aumenta a eficiência do uso de recursos naturais, mas também ajuda a combater as mudanças climáticas, oferecendo uma solução inovadora para os desafios agrícolas.

4.1.2 Biochar como agente de melhoria do solo

O biochar, reconhecido como um eficiente melhorador do solo, apresenta múltiplos benefícios agrônômicos e ambientais. Esse material demonstra capacidade para aumentar a fertilidade, otimizar a umidade do solo e enriquecer as comunidades microbianas, além de aprimorar as propriedades físicas do solo (Davis, 2023).

Herath, Camps-Arbestain e Hedley (2013), Lal (2015), Syuhada *et al.* (2016), Cornelissen *et al.* (2018) e Panahi *et al.* (2020) discutem como o biochar pode melhorar a fertilidade do solo e sua microbiota, devido às suas propriedades alcalinizantes, que podem corrigir sua acidez. Isso porque melhora as propriedades físicas e bioquímicas, bem como aumenta a agregação do solo, a retenção de água, o pH e as atividades microbianas, melhorando, assim, a qualidade geral do solo (Labanya *et al.*, 2022).

Visando às melhorias das propriedades do solo, o biochar pode contribuir para a diminuição da densidade do solo e para a melhoria da porosidade, da infiltração de água e da capacidade de retenção hídrica (Banu *et al.*, 2023), assim como melhorar a capacidade de troca de íons e criar um ambiente propício para o crescimento radicular (Hossain *et al.*, 2020). O biocarvão também influencia as atividades enzimáticas no solo, que são cruciais para vários processos bioquímicos (Nepal *et al.*, 2023), além de minimizar as perdas por lixiviação de nutrientes e a emissão de CO₂, favorecendo uma absorção e uma utilização mais eficiente de nutrientes pelas plantas (Davis, 2023).

O biocarvão tem a capacidade de interagir com contaminantes, tornando-os inofensivos ou menos tóxicos, e influencia as atividades microbianas no solo (Mikajlo *et al.*, 2023). A Combinação de biocarvão com aditivos orgânicos, como composto, foi proposta para mitigar quaisquer efeitos negativos e manter a fertilidade do solo em longo prazo (Huang *et al.*, 2023). O biochar tem demonstrado potencial para remediação de solos contaminados por metais pesados e compostos orgânicos tóxicos (Siddika *et al.*, 2023). Estudos recentes têm evidenciado que o biochar melhora significativamente a qualidade de solos agrícolas e solos previamente poluídos, culminando em um incremento no crescimento vegetal e um aumento no rendimento das culturas (Tan, 2023). Em uma análise mais ampla, a aplicação de biochar não apenas se apresenta como uma estratégia promissora para mitigar as mudanças climáticas e reduzir riscos à saúde humana, mas também para potencializar a saúde e a produtividade do solo (Siddika *et al.*, 2023).

4.2 INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE PIRÓLISE NA QUALIDADE E PROPRIEDADES DO BIOCHAR

A pirólise lenta representa um método complexo de conversão de biomassa e resíduos em produtos de valor agregado. Esse processo envolve o aquecimento controlado dos materiais a uma taxa e a uma temperatura específicas, resultando na produção de frações sólidas, líquidas e gasosas (Safavi; Richter; Unnthorsson, 2023). A pirólise é um processo termoquímico que ocorre quando a matéria orgânica é decomposta após ser submetida a condições de altas temperaturas e ambiente desprovido de oxigênio.

O rendimento e as características dos produtos derivados da pirólise são influenciados por uma série de parâmetros, incluindo a temperatura de pirólise, o tempo de residência e a composição da matéria-prima. A temperatura de pirólise é um dos fatores mais importantes que afetam o rendimento e a qualidade do biochar, pois, ao elevar a temperatura de pirólise, pode-se aumentar a produção de gases e diminuir a produção de biochar. O tempo de residência também é um fator importante que afeta o rendimento e a qualidade do biochar, pois um tempo de residência mais longo pode aumentar a produção de biochar, mas também pode aumentar a produção de gases. Além disso, diferentes tipos de matéria-prima podem produzir biochars com diferentes propriedades físicas e químicas (Mazurek *et al.*, 2023; Ramos *et al.*, 2023).

Uma gama de estudos tem sido realizada para elucidar o impacto desses fatores no rendimento e nas propriedades dos produtos resultantes (Liu *et al.*, 2023). Um exemplo notável é o estudo de Rego *et al.* (2022), no qual a influência da temperatura de pirólise e do tempo de residência sobre o rendimento e as propriedades do carvão derivado da palha de trigo foi examinada por um estudo observando que o aumento da temperatura de pirólise levou a uma redução na produção de carvão e a um incremento na geração de gás. Os carvões produzidos apresentaram potenciais aplicações, como combustíveis sólidos, corretivos de solo ou adsorventes para a remoção de contaminantes (Liu *et al.*, 2023), e também, focaram na pirólise de materiais provenientes de móveis descartados, constatando que o aumento da temperatura de pirólise resultou em uma redução no rendimento de produtos sólidos, enquanto o rendimento de líquidos e gases não condensáveis aumentou. Os estudos também apontam que o pré-tratamento da celulose em

temperaturas próximas a 200 °C, altera a subsequente pirólise, afetando a formação de produtos e as características do biochar (Li *et al.*, 2023).

Ao investigar o mecanismo de transformação das espécies de fósforo, durante a pirólise, descobriu-se que as ligações éster nos diésteres de ortofosfato se rompem antes dos 400 °C, resultando na formação de monoésteres de ortofosfato e pirofosfato (Li *et al.*, 2023). Além disso, a compressão do lodo em materiais em pó ou pequenas granulações antes da pirólise demonstrou eficácia em ampliar a faixa de temperatura para descanso orgânico, impactando o desempenho mecânico do biochar resultante (Deng *et al.*, 2023). Outro ponto interessante, conforme discutido por Mohamed *et al.* (2023), é que a co-pirólise do lodo de esgoto com biomassa variada pode mitigar concentrações de metais pesados, reduzindo os riscos ambientais associados ao biochar do lodo.

A temperatura de pirólise, identificada por Zou *et al.* (2023), é um fator determinante na concentração de elementos, no rendimento, no valor calorífico e no conteúdo de carbono do biochar. Isso porque influencia suas propriedades, como grupos funcionais e a capacidade de absorção de fosfato no biochar do lodo (Liang *et al.*, 2022). Observou-se, de igual modo, que temperaturas mais elevadas resultam em redução do rendimento do biochar e diminuição das concentrações de certos elementos (Li *et al.*, 2023). As propriedades agrônômicas do biochar, como estabilidade, pH e propriedades de superfície, são afetadas pelas condições de temperatura da pirólise, variando conforme o tipo de matéria-prima utilizada (Balmuk *et al.*, 2023).

As condições de síntese do biochar, como temperatura e tempo de pirólise, influenciam, diretamente, suas propriedades e sua eficácia na desidratação, quando aplicados eletrodos em processos de eletrólise, atuando como condutores pelos quais os elétrons entram ou saem de uma solução eletrolítica, permitindo assim as reações de oxidação e redução, do lodo (Yu *et al.*, 2022). Em um estudo sobre a conversão de lodo de esgoto em biochar por aquecimento, Zhang *et al.* (2022) buscaram atenuar a toxicidade e explorar a utilidade potencial do material. Observou-se, assim, que o aumento da temperatura resultou em redução na acidez do biochar, acompanhada por aumento em sua área superficial. Esse processo de aquecimento proporcionou maior estabilidade ao biochar e induziu a decomposição de certos grupos químicos. Embora tenha sido constatada concentração de metais pesados no biochar, temperaturas elevadas reduzem a lixiviação de metais ao promover a formação de

fases minerais ou cristalinas estáveis, que encapsulam os metais, diminuindo sua solubilidade e mobilização em água (Zhang *et al.*, 2022). Em vista disso, o risco ambiental associado à presença de metais pesados no biochar apresentou significativa diminuição, indicando potencial para um uso mais seguro do material (Yu *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2023). Essas pesquisas são fundamentais para compreender as abordagens de manejo do lodo de esgoto e a aplicação segura do biochar em contextos agrícolas e ambientais.

Constata-se, diante do exposto, que as propriedades físico-químicas do biochar são influenciadas pelo tempo de residência e pela taxa de aquecimento durante o processo de pirólise, sendo observado que taxas mais lentas favorecem a melhoria das propriedades do biochar resultante (Santos; Centeno; Odriozola, 2023). Por isso, um estudo sobre a conversão de lodo de esgoto em biochar por aquecimento buscou atenuar a toxicidade e explorar a utilidade potencial. Nesse estudo, observou-se que o aumento da temperatura reduziu a acidez do biochar, aumentando sua estabilidade e induzindo a decomposição de grupos químicos. Embora a presença de metais pesados tenha sido detectada, foi observado que temperaturas mais elevadas resultaram em uma redução da lixiviação. Isso, por sua vez, diminuiu a probabilidade de mobilização desses metais pesados em pirólise com temperaturas maiores (Zhang *et al.*, 2022).

Esses estudos contribuem com informações valiosas para o entendimento do processo de pirólise e são fundamentais para o desenho e a otimização de sistemas de pirólise eficientes (Rego *et al.*, 2022). Com um processo de pirólise bem aplicado, o lodo de esgoto tem potencial para gerar biochar de elevada qualidade, especialmente, quando otimizado por meio do ajuste das condições de pirólise e da adição de aditivos específicos. A incorporação de CaO, por exemplo, tem sido observada para fomentar a formação de compostos de cálcio-fósforo, contribuindo para um enriquecimento do teor de fósforo no biochar (Khan *et al.*, 2023). Somados a isso, procedimentos de pós-tratamento, como a lavagem ácida, demonstraram ser eficazes na melhoria da qualidade do biochar, atuando na remoção de metais pesados e na redução da sua lixiviação, minimizando, conseqüentemente, os riscos ambientais. O biochar resultante apresenta um amplo espectro de aplicações potenciais, abrangendo áreas, como tratamento de água e esgoto, melhoria de solo, controle de poluição atmosférica e sequestro de carbono. Em suma, a otimização das condições de pirólise, aliada a métodos de pós-tratamento constitui uma estratégia

promissora para a produção de biochar de alta qualidade a partir do lodo de esgoto (Deng *et al.*, 2023).

4.2. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DE NUTRIENTES NO BIOCHAR

4.2.1 Análise de estudos sobre nutrientes

No século XIX, o pesquisador suíço Nicolas-Théodore de Saussure, realizou uma descoberta fundamental ao estabelecer que as plantas obtêm carbono (C) do dióxido de carbono (CO₂) atmosférico, utilizando a energia do sol durante a respiração. O pesquisador também identificou que o hidrogênio (H) e oxigênio (O) são absorvidos junto com o carbono, além de que, o aumento da matéria seca nas plantas deve-se, principalmente, à absorção desses elementos e que o solo fornece os minerais essenciais para a vida vegetal (Schindler, 2023).

Nessa mesma época, Justus von Liebig (1803-1873) propôs que as plantas se alimentam de substâncias inorgânicas ou minerais. A principal contribuição de Liebig para a nutrição das plantas foi refutar a “teoria dos húmus”, que defendia a matéria orgânica do solo como a fonte primária de carbono para as plantas, e argumentava que, na teoria de Justus Von Liebig, as plantas se nutrem de dióxido de carbono, amoníaco (referido como ácido azótico, na época), água, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido silícico, cal, magnésia, potássio, sódio e ferro. Essa concepção delineou a importância dos macronutrientes para o crescimento vegetal. Além disso, as teorias de Liebig foram fundamentais para o desenvolvimento da indústria de fertilizantes (Schindler, 2023).

O conceito de micronutrientes, essenciais para as plantas, mas necessários em menores quantidades, foi estabelecido no século XX. A nutrição vegetal abrange a identificação e o estudo desses elementos, analisando sua absorção, sua translocação e sua acumulação nas plantas, bem como suas funções, suas necessidades e os efeitos de suas deficiências ou seus excessos (Schindler, 2023). Na esfera científica (Timilsena *et al.*, 2015).

Concebeu-se que a nutrição vegetal está, intrinsecamente, ligada à disciplina de Ciência do Solo, especificamente à subárea de Fertilidade do Solo e Nutrição de Plantas. Esta disciplina abrange o estudo da fertilidade do solo, o emprego de

fertilizantes/corretivos e as práticas de adubação. A formulação para o cálculo da adubação é expressa pela equação:

$$Adubação = \frac{QP-QS}{f} \quad (1)$$

Na qual:

QP = representa a quantidade de nutrientes requerida pela planta, correspondendo à sua exigência nutricional;

QS = representa a quantidade de nutrientes presentes no solo;

f = representa a eficiência dos fertilizantes, influenciada por perdas no solo por meio de processos, como volatilização, adsorção, lixiviação e erosão.

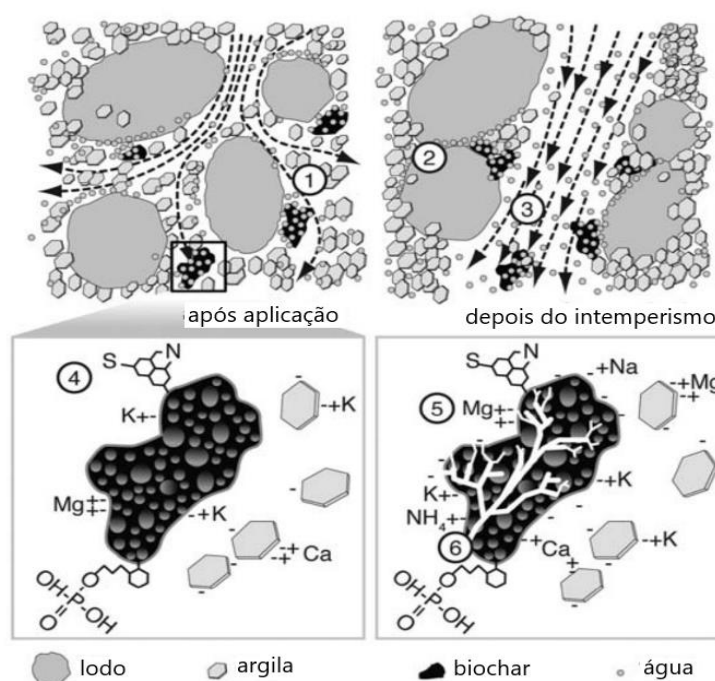
No âmbito da nutrição vegetal, compreender os processos de absorção e a função dos nutrientes é crucial para o crescimento e o desenvolvimento das plantas e para a assimilação de uma diversidade de nutrientes provenientes do solo, da água e da atmosfera (Timilsena *et al.*, 2015). Os macronutrientes, que incluem nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg) e enxofre (S), são requisitados pelas plantas em quantidades substanciais. Em contrapartida, os micronutrientes, tais como ferro (Fe), zinco (Zn), boro (B), cobre (Cu), molibdênio (Mo), manganês (Mn), níquel (Ni) e cloro (Cl), são necessários em concentrações inferiores (Tariq *et al.*, 2023). Esses elementos nutricionais desempenham papéis vitais não apenas no crescimento vegetal, mas também no desenvolvimento, na produção de carboidratos alimentares e na ampliação da resiliência das plantas a estresses abióticos e bióticos (Saleem *et al.*, 2023). Tanto a carência quanto o excesso desses nutrientes podem acarretar impactos negativos na saúde vegetal e na produtividade das culturas (Kirkby, 2023).

4.2.2 Análise de nutrientes em biochar

Estudos conduzidos por Abedin e Unc (2020) evidenciaram que o biochar apresenta uma ampla variedade de macro e micronutrientes, essenciais para o crescimento das plantas. No que se refere aos macronutrientes, observou-se que o biochar possui concentrações elevadas de elementos, tais como, nitrogênio (N), fósforo (P) e potássio (K). Além disso, análises apontam para a presença de

micronutrientes significativos no biochar, incluindo cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn) e zinco (Zn) (Mendes *et al.*, 2021). Essas descobertas enfatizam a riqueza nutricional do biochar, consolidando seu potencial como um valioso recurso para promover o crescimento e a saúde das plantas. A Figura 1 mostra uma representação esquemática dos efeitos propostos do biocarvão na lixiviação de nutrientes, por Lehmann; Joseph (2009).

Figura 1 - Representação esquemática dos efeitos propostos do biocarvão na lixiviação de nutrientes.

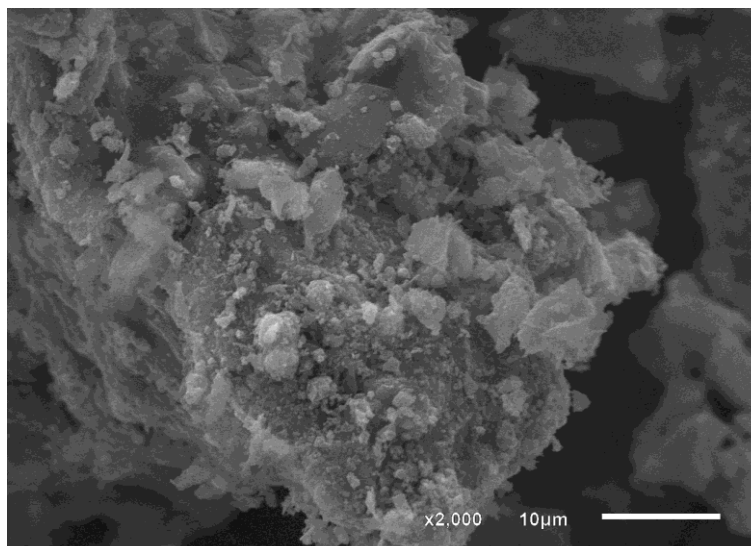


Fonte: Lehmann; Joseph (2009).

Representação esquemática: 1) com a aplicação de biocarvão no solo, a retenção de água aumenta porque as partículas porosas de biocarvão retêm água e reduzem sua mobilidade; 2) o horizonte O, a agregação do solo melhora à medida que o biocarvão se liga a outros constituintes do solo e ocorre o fluxo preferencial de água, bem como o transporte facilitado de partículas de biocarvão (3); 4) em uma escala menor, o biocarvão recém-aplicado sorve formas orgânicas hidrofóbicas de nutrientes; 5) após a intemperização, a carga superficial do biocarvão aumenta, melhorando, assim, a capacidade de troca catiônica, e a biota do solo é aprimorada (6). Nota: Esta ilustração não é estritamente proporcional, e a água não é mostrada nos painéis inferiores. Assim também o processo de intemperismo que, não tem uma duração, pode variar enormemente dependendo de uma série de fatores, como o tipo de rocha ou mineral envolvido, o clima, a presença de água, a variação de temperatura e a ação biológica.

A Figura 2 mostra uma imagem por microscopia eletrônica de varredura de um biochar feito neste trabalho e na Figura 3 mostra uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão, mostrando partículas que se assemelham aos desenhos representativos de argila da Figura 1 do trabalho de Lehmann; Joseph (2009).

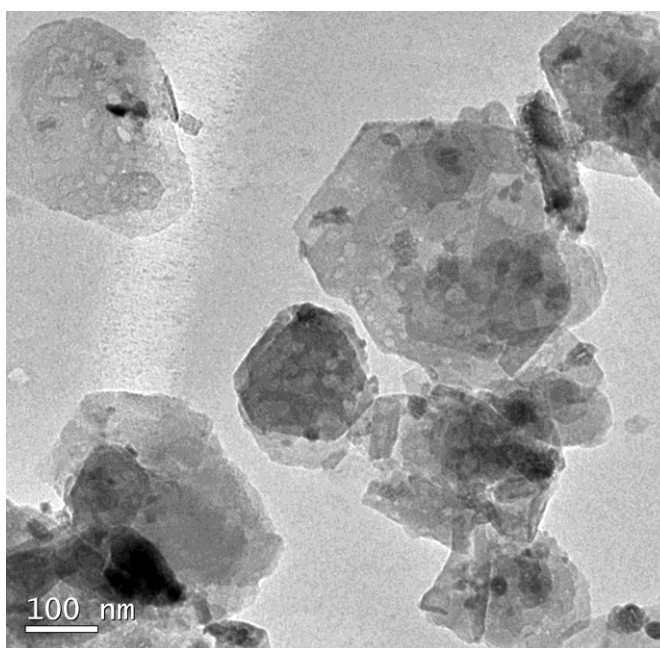
Figura 2 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de uma partícula do biochar.



Fonte: Luccar/Ufes (2024).

A representação ilustrativa refere-se a uma partícula do biochar, com ampliação de 2.000X e detector de elétrons secundários, mostrando o corpo central mais escuro, característica de elementos mais leves como o carbono, e aderidos à superfície pequenas partículas com brilho mais intenso, indicando a presença de óxidos metálicos, pois esta é uma característica de elementos mais pesados (amostra referente à região de ETE de Itaoca, em 550 °C). Imagem feita no laboratório multiusuário de ultraestrutura celular – Carlos Alberto Redins- Luccar/Ufes.

Figura 3 - Imagem da microscopia eletrônica de transmissão com ampliação de 100.000X.



Fonte: Luccar/Ufes (2024).

Representação ilustrativa da partícula do biochar, em uma ampliação de 100.000X da amostra, que se refere a Itaoca em 550 °C mostrando partículas planas com lados retos e ângulos bem definidos, indicando a formação de nanocristais. Imagem feita no Laboratório Multiusuário de Ultraestrutura Celular – Carlos Alberto Redins-Luccar/Ufes.

Quando aplicado ao solo, o biochar tem o potencial de enriquecê-lo com esses nutrientes, contribuindo para a disponibilidade e a absorção eficiente pelos vegetais e impactando, positivamente, no crescimento e na produtividade vegetal (Rodríguez-Vila *et al.*, 2022). Partindo desses pressupostos, é fundamental considerar que os efeitos do biochar nas concentrações e na absorção de nutrientes no solo podem ser influenciados por fatores, como o tipo de solo e seu pH (Rodríguez-Vila *et al.*, 2022). Schimmelpfennig *et al.* (2015), ao analisar os efeitos nutricionais, identificaram que o hidrochar, gerado pela carbonização hidrotérmica — um processo de conversão da biomassa realizado em meio aquoso, sob temperaturas relativamente (entre 180 °C e 250 °C) e alta pressão —, e por outro lado o biochar, produzido pela pirólise, que consiste na decomposição térmica da biomassa na ausência parcial ou total de oxigênio atmosférico, apresentam processos distintos de formação. Este processo ocorre em altas temperaturas, geralmente entre 300 °C e 700 °C, incrementaram os níveis de potássio na biomassa vegetal. Por outro lado, todas as adições de carbono resultaram em uma redução dos níveis de sódio, enquanto a adição de matéria-prima não carbonizada ao solo foi associada a um aumento na concentração de manganês na biomassa total (Karim *et al.*, 2022).

4.2.3 Métodos de análise nutricional e seu impacto nos resultados do biochar

A qualidade e a consistência do biocarvão são cruciais para atender aos padrões específicos, especialmente em aplicações, como melhorias de solo e filtragem de água, em que suas propriedades precisam ser consistentes (Lehmann; Joseph, 2009). Em 1997, a Autoridade de Proteção Ambiental de Nova Gales do Sul, principal agência reguladora ambiental da região, desenvolveu um sistema de classificação para biossólidos. Esta agência é responsável por monitorar e regular a qualidade do meio ambiente, o que inclui a gestão de resíduos, a poluição do ar e da água, e a conservação da biodiversidade. O sistema de classificação desenvolvido é aplicável ao biochar, que é produzido a partir de resíduos como o lodo de esgoto, e foi criado para garantir o cumprimento das diretrizes agrícolas no padrão das normas internacionais de uso do Biossólido.

Os "graus de contaminante" e os "graus de estabilização" avaliam a qualidade, variando de alta (A) a baixa (E) (Lehmann; Joseph, 2009).

No estudo de Gomes, Cruz e Figueiredo (2022), o método DRIS - Sistema Integrado de Diagnóstico e Recomendação - foi usado para avaliar o estado nutricional de plantas de milho com biochar de lodo de esgoto, analisando diferentes aspectos dos biochars e hidrocarbonetos, e notaram a variação nos níveis de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (HAPs) em biochars, associada a matérias-primas e condições de processamento. Estudos também mostraram que misturas de biochar reduzem, significativamente, os níveis de nitrogênio e fósforo em substratos, indicando sua capacidade de ligação a esses nutrientes e a redução da lixiviação (Gomes; Cruz; Figueiredo, 2022).

Omotade *et al.* (2020) usaram a espectroscopia induzida por laser, técnica analítica que utiliza a energia de um pulso de laser de alta potência para vaporizar e ionizar uma pequena quantidade do material de amostra, criando um plasma. Quando o plasma se forma, os átomos e íons excitados no plasma emitem luz em comprimentos de onda característicos de diferentes elementos. Ao analisar o espectro de emissão gerado, é possível determinar a composição elementar da amostra, induzida por espectroscopia a laser, para detectar metais pesados e nutrientes no biochar agrícola, observando a redução desses nutrientes em temperaturas de pirólise mais altas. Adicionalmente, Prasad, Tzortzakis e McDaniel (2018) examinaram concentrações de nutrientes em biochars em diferentes condições, empregando outras técnicas analíticas, como a absorção atômica. A pesquisa também caracterizou biochars e hidrocarbonetos oriundos de diversos resíduos orgânicos, identificando elementos como carbono, cálcio e zinco nas amostras de biochar vegetal. Em trabalhos mais recentes, Alrebdi *et al.* (2022) utilizaram espectroscopia por absorção atômica (AAS) e análise de raios X, corroborando as conclusões de estudos anteriores e contribuindo para a compreensão do papel do biochar em contextos agrícolas e ambientais.

4.2.4 Otimização do procedimento para a caracterização de biochar e a recuperação de nutrientes

A caracterização precisa do perfil nutricional do biochar é necessária para maximizar sua funcionalidade e sua eficácia em aplicações agrícolas e ambientais. A análise detalhada de nutrientes, incluindo potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg) e outros macronutrientes secundários é fundamental para compreender a capacidade

do biochar de contribuir para a saúde do solo e o crescimento das plantas (Singh; Camps-Arbestain; Lehmann, 2017). No entanto, os métodos convencionais de análise podem não capturar a totalidade da complexidade nutricional do biochar, especialmente quando derivado de fontes heterogêneas, como o lodo de esgoto. Nesse contexto, faz-se necessária a aplicação de procedimentos otimizados de extração, como o uso de soluções ácidas (Singh; Camps-Arbestain; Lehmann, 2017). Diante disso, o método de digestão com ácido clorídrico 1 M de Singh; Camps-Arbestain; Lehmann, (2017) representa uma técnica para a liberação e a quantificação desses elementos no biochar. Esse procedimento envolve a agitação contínua da mistura por 2 horas a uma temperatura controlada de 25 °C em um agitador, seguido de um período de repouso de 16 horas. Para a quantificação das concentrações de nutrientes nos extratos, são empregadas técnicas analíticas a fim de quantificar os resultados obtidos (EMBRAPA, 2016).

Os estudos atuais focam na aplicação de métodos de extração ácida para a eficiente dissociação de nutrientes e sua subsequente quantificação por meio de técnicas espectroscópicas. Além disso, a avaliação da bioacessibilidade dos nutrientes extraídos proporciona uma compreensão mais profunda de como o biochar altera as interações nutricionais no solo, contribuindo para um entendimento mais detalhado dos mecanismos pelos quais o biochar influencia a disponibilidade de nutrientes no ambiente edáfico.

4.2.5 Difração de raios X (DRX)

Em análises de materiais cristalinos utilizando difração de raios X (DRX), com a interpretação dos índices de Miller (h,k,l) desempenham um papel fundamental, representando a orientação de planos cristalinos dentro da estrutura cristalina. Esses índices são definidos como um conjunto de três números inteiros derivados da inversão das distâncias às quais os planos cristalinos interceptam os eixos cristalinos (a, b, c), normalizados para os menores valores inteiros mútuos (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015). Esta metodologia baseia-se na geometria cristalina e facilita a identificação e caracterização de estruturas cristalinas em estudos de materiais (Mezhevova; Beresteneva, 2023). Padrão que serve como uma assinatura única, representando a disposição periódica de átomos em um material

específico. Os picos de difração de raios X são gerados pela interferência construtiva de um feixe monocromático de raios X, que são dispersos em ângulos particulares por cada conjunto de planos de rede na amostra. A intensidade desses picos é determinada pela distribuição espacial dos átomos dentro da estrutura cristalina (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015). Dentre os estudos, os minerais com maior similaridade com estrutura encontrada, foram principalmente a muscovita ($KAl_2 [AlSi_3O_{10}] (OH)_2$) e a flogopita ($KMg_3(AlSi_3O_{10}) (OH)_2$), do grupo da biotita $K(Mg, Fe^{2+})_3(Si_3Al) O_{10}(OH, F)_2$.

A flogopita, o mineral mais magnesiano do grupo da biotita, apresenta cristais tabulares curtos e prismáticos. Sua estrutura cristalina é uma rede em camadas. A classe de simetria é prismática-2/m e a syngony é monoclínica. O grupo de pontos é 2/m-prismático e o grupo espacial é B2/m (B1 1 2/m) (C2/m) (C1 2/m 1).

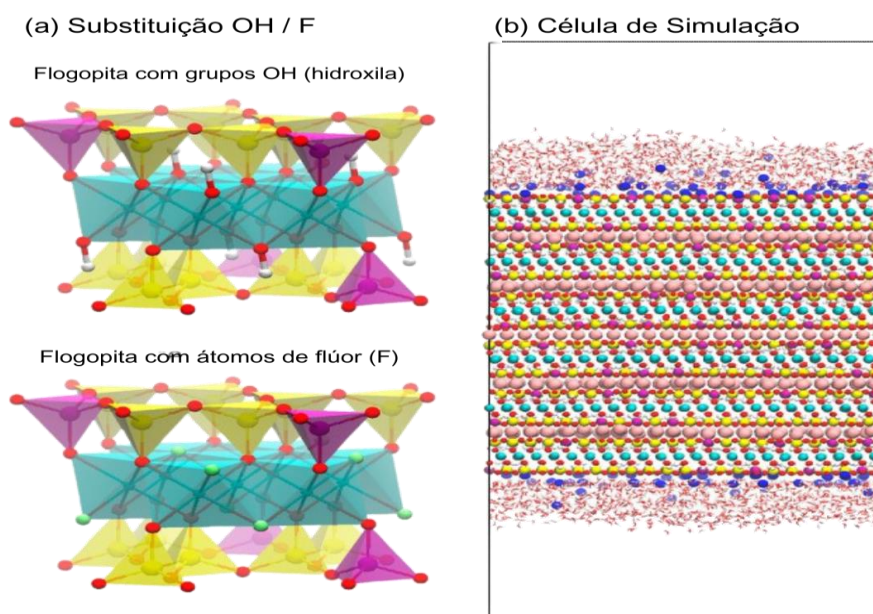
Por outro lado, a muscovita é um mineral formador de rocha da subclasse mica dos silicatos laminados. Este mineral se divide facilmente em folhas finas devido à sua estrutura cristalina. Esta estrutura é composta por pacotes de três camadas de duas folhas de tetraedros de sílica e alumina conectadas através de uma camada composta por octaedros. Estes octaedros possuem íons Al no centro, rodeados por quatro íons de oxigênio e dois grupos OH. Notavelmente, um terço dos octaedros não está preenchido com íons Al. Os feixes estão interligados com íons de potássio (Gerasimova; Maslova; Shchukina, 2021).

Em estudos recentes, a sensibilidade da água adsorvida na mica flogopita foi examinada em relação a duas características que influenciam a hidrofobicidade da superfície. A primeira característica é a identidade dos cátions trocáveis que equilibram a carga superficial da mica. Mais especificamente, a influência de três metais alcalinos diferentes (Na, K e Cs), com raio crescente e diminuição da energia de hidratação, foi examinada. A segunda característica é a presença de substituições de OH por F dentro da estrutura da mica, diretamente abaixo das cavidades hexagonais da superfície basal. Essa substituição, comum em filossilicatos, é conhecida por modular propriedades como umectação, estabilidade mineral e condutividade elétrica. Portanto, a flogopita, seja totalmente hidroxilada ou totalmente fluorada (denominada flogopita OH ou F), foi descrita por Koishi *et al.*, (2022) como um material de interesse neste contexto.

Os elementos representados na Figura 4, por esferas coloridas, provavelmente seguem a convenção de cores da cristalografia, onde diferentes cores correspondem

a diferentes tipos de átomos ou íons. As estruturas mostram as complexidades do mineral em termos de substituição de elementos e resposta à hidratação, elementos essenciais na determinação das propriedades físicas e químicas do mineral.

Figura 4 – Simulação do mineral de estrutura filossilicato 2:1, do grupo a biotita, classe flogopita substituída OH/F.

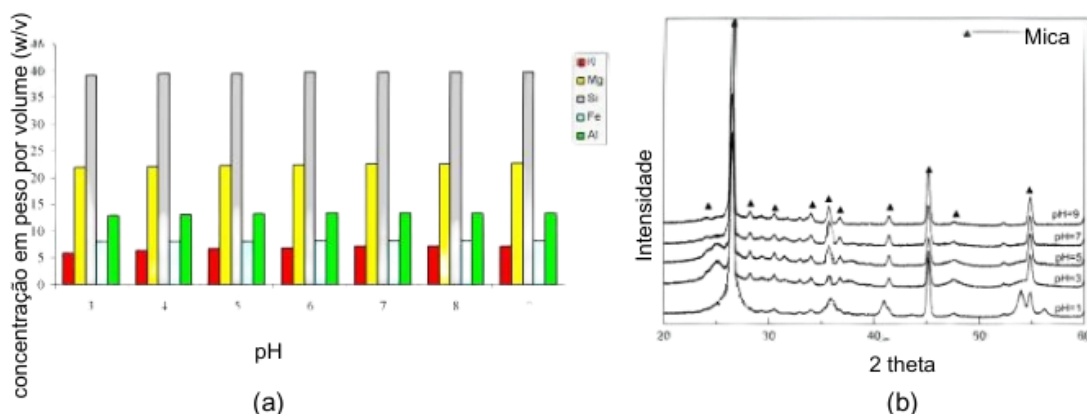


Fonte: Koishi *et al.*, (2022).

A representação ilustrativa, refere-se a: (a) Modelos estruturais de flogopita sem e com substituição de flúor (poliedros amarelo, roxo e ciano: SiO_4 , AlO_4 e MgO_6 ; esferas vermelhas, brancas e verdes claras: átomos de O, H e F). (b) Instantâneo de simulação mostrando filmes de água adsorvidos (bastões vermelhos e brancos) com uma espessura de três monocamadas de água (3 mL) nas superfícies basais de uma placa de 6 nm de espessura de flogopita OH contendo Na (esferas rosa e azul escuro: carga - equilibrar íons K nas camadas intermediárias e íons Na nas superfícies basais externas, respectivamente).

A lixiviação do potássio intercalar da mica é controlada por uma troca iônica entre o potássio e um próton, portanto, essas reações são aceleradas na faixa de pH ácido. Na transição para a região alcalina, a lixiviação dos íons potássio diminui gradativamente e essencialmente não se altera após atingir o valor de pH 8. Para os cátions alumínio e silício, o grau mínimo de lixiviação ocorre na região neutra, o que está associado à sua propriedade anfotérica. Na Figura 5 de Gerasimova; Maslova; Shchukina, (2021), demonstra o comportamento dos principais cátions de mica formadores de estrutura em um meio com pH 3–9. Notou-se que a lixiviação dos elementos na faixa de pH ácido ocorreu de forma mais intensa, o que é típico das micas trioctaédricas.

Figura 5 - Concentração do principal componente da flogopita.



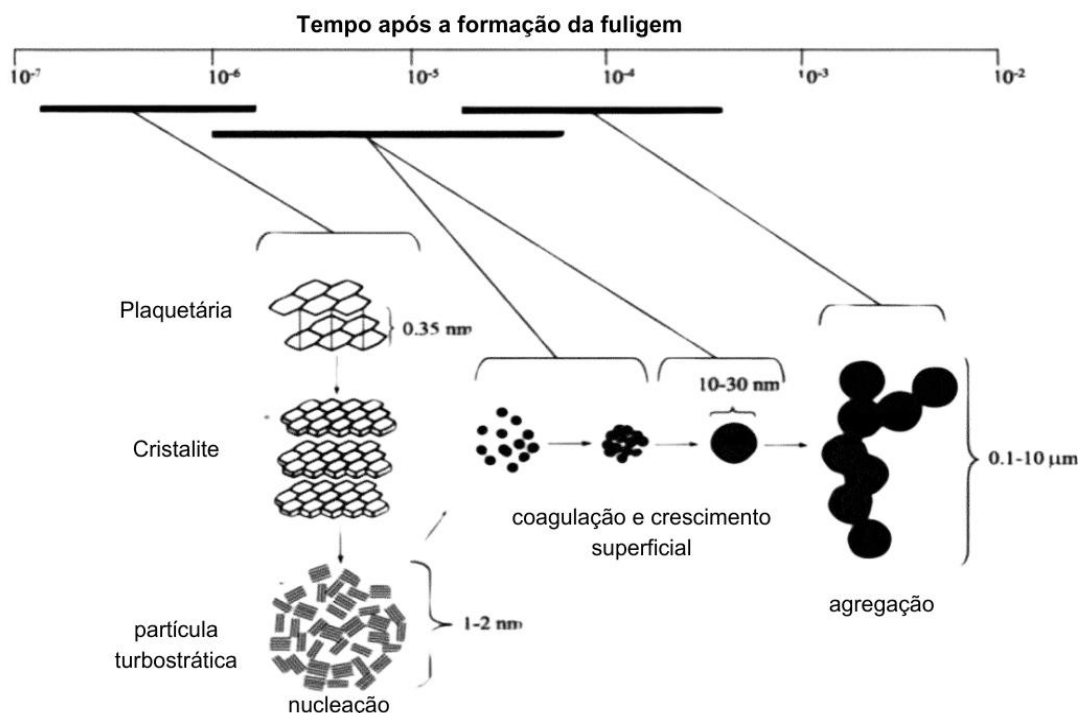
Fonte: Gerasimova; Maslova; Shchukina, (2021).

Representação ilustrativa: Concentração do principal componente da flogopita com diferentes valores de pH inicial (a); Padrões de difração de raios X de mica com vários valores de pH de 1, 3, 5, 7 e 9, respectivamente (b).

A amostra de biochar tem uma infinidade de materiais à base de carbono e exibem uma diversidade de estruturas, influenciadas tanto pelos seus precursores quanto pelos processos de formação. Segundo Yapuchura, (2019), os átomos de carbono nesses materiais são organizados em arranjos hexagonais planares, conectados através de robustas ligações covalentes. Um atributo desses materiais é a presença de estruturas turbostráticas, um conceito inicialmente explorado por Warren em 1934. Biscoe e Warren, em 1942, introduziram o termo "turbostrático" para descrever esta forma mesomórfica específica do material sólido.

Biscoe e Warren, em 1942, demonstraram por meio de experimentos que, diferentemente do grafite, cujos planos são paralelos e orientados de forma equidistante e uniforme, nos materiais carbonosos, esses planos, embora aproximadamente paralelos e equidistantes, não apresentam orientação mútua. Uma característica distintiva é que o espaçamento interplanar médio nessas estruturas é ligeiramente superior ao do grafite. Tais partículas presentes no material carbonoso foram então caracterizadas como microcristalites turbostráticas, conforme ilustrado no modelo de Brokos, (1969), na Figura 6:

Figura 6 - Comportamento da estrutura da partícula turbostrática.

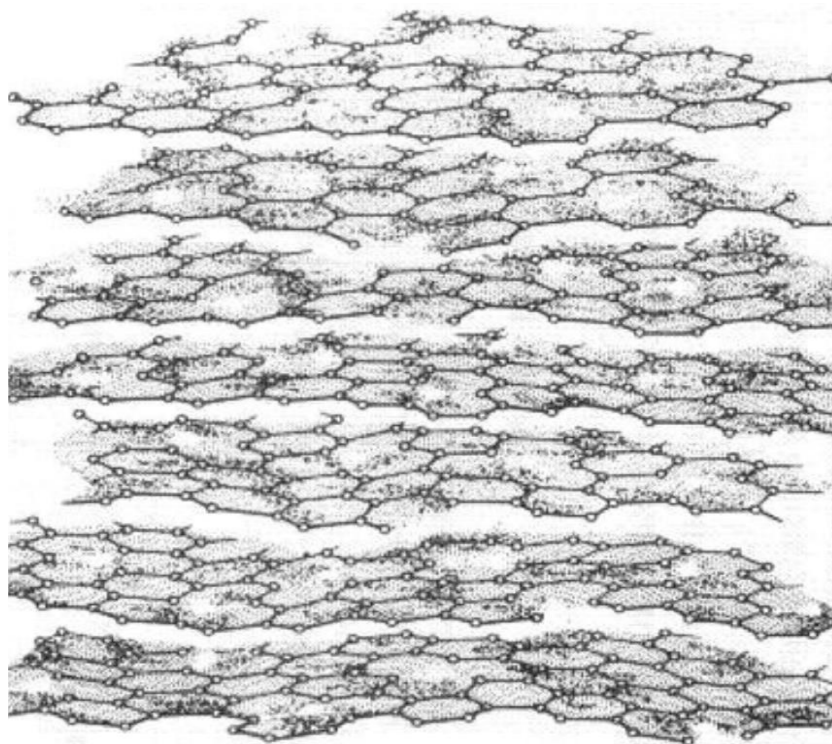


Fonte: khobragade *et al.*, (2019).

O diagrama ilustra: o processo de formação e crescimento de fuligem ao longo do tempo, desde nanossegundos até vários segundos após o início. A sequência começa com a pirólise de algum material, levando à formação de nanoestruturas em forma de "placas" compostas por anéis aromáticos hidrocarbonetos empilhados. Essas placas sofrem nucleação formando estruturas "cristalinas". Com o tempo, estas evoluem para "partículas turbostráticas" caracterizadas por um empilhamento mais desordenado de camadas. Estas partículas têm o crescimento em superfície, levando finalmente à agregação em grandes estruturas semelhantes a correntes, com tamanhos que variam de 0,1 a 10 micrômetros.

Conforme descrito no trabalho de Yapuchura (2019). Este trabalho detalha o processo de carbonização, durante o qual materiais voláteis são eliminados, resultando em um sólido conhecido como carvão. Durante este processo, os átomos de carbono ligados em sp^2 se organizam em microcristalitos turbostráticos, similares ao grafite. Essa é uma característica comum em materiais carbonosos derivados de biomassa não grafitizada. Representada na Figura 7, ilustrada pela estrutura turbostrática, caracterizada por camadas sobrepostas:

Figura 7 - Estrutura turbostrática.



Fonte: Yapuchura, (2019).

Normalmente, o alinhamento das camadas poliaromáticas sp^2 é interrompido por ligações cruzadas entre essas camadas nas etapas iniciais da carbonização. Em materiais carbonosos, incluindo biomassas e carvões, a matéria mineral se transforma em cinzas após a combustão completa sob condições térmicas em uma atmosfera oxidante. Esta matéria exclui elementos como carbono (C), hidrogênio (H), oxigênio (O), nitrogênio (N) e enxofre (S). Nos carvões minerais, é possível encontrar partes da matéria mineral não associadas à matéria orgânica. A composição mineral de materiais carbonosos oriundos de biomassa pode variar conforme as condições do solo onde a biomassa foi cultivada. Comumente, são identificados minerais como SiO_2 e sais de cálcio, potássio e magnésio, além de outros sais em quantidades menores, juntamente com ácidos, carbonatos, fosfatos, silicatos, sulfatos e oxalatos (Yapuchura, 2019).

Nesses materiais de biomassa, as cinzas resultantes da queima ou combustão da parte orgânica contêm elementos significativos como silício (Si), cálcio (Ca), magnésio (Mg), potássio (K), sódio (Na), fósforo (P), enxofre (S), cloro (Cl), alumínio (Al), ferro (Fe) e manganês (Mn), além de oxigênio (O), já que esses elementos estão frequentemente presentes na forma de óxidos. Esses elementos, combinados com oxigênio, representam mais de 95% do peso das cinzas. A quantidade de cinzas varia

conforme o tipo de biomassa, sendo a presença de cristais de sílica um fator preponderante para o aumento desta quantidade. Em algumas biomassas, a concentração de fósforo pode superar a de silício (Yapuchura, 2019).

Na análise dos processos de processamento das cinzas, o uso de difração de raios X facilita a identificação das fases minerais, principalmente do fosfato nas cinzas. Isso permite uma compreensão aprimorada de sua distribuição espacial e composição química, otimizando a extração destes subprodutos do tratamento de esgoto já pirolisado. Para a identificação dos tipos a detecção de minerais e outras formas sólidas, os pesquisadores recorreram à difração de raios X em pó. Esta técnica de análise cristalográfica é particularmente eficaz na determinação das estruturas cristalinas presentes em amostras sólidas, oferecendo conhecimentos valiosos sobre a composição mineralógica do lodo e as transformações em diferentes condições de tratamento. Por meio dessas abordagens analíticas complementares foi possível obter uma compreensão abrangente das características, contribuindo significativamente para o campo da gestão de resíduos e recuperação de nutrientes.

4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Segundo esses mesmos autores, destacam a relevância da investigação, tendo em vista seu potencial de reutilização, particularmente no que tange à recuperação de recursos hídricos. A composição do LE é abordada, enfatizando-se na diversidade de suas constituições, as quais englobam componentes microscópicos e macroscópicos. Esta heterogeneidade contribui para a capacidade do LE de reter água, aspecto que representa um dos focos de interesse para a pesquisa. Portanto, a integração deste material ao solo representa uma estratégia para o incremento da qualidade agrônômica, promovendo não apenas o enriquecimento nutricional do solo, mas também aprimorando sua capacidade de retenção de água. Tais efeitos sinérgicos podem resultar em um aumento significativo da saúde e produtividade vegetal, contribuindo para sistemas agrícolas mais resilientes e sustentáveis Li *et al.* (2023).

Wang *et al.*, (2022) investigaram a microestrutural do LE, que foi realizada por meio da utilização de equipamentos de microscopia capazes de revelar detalhes de escala micro e manométrica do material. Entre os instrumentos empregados,

destacam-se o microscópio óptico e o microscópio eletrônico de varredura (MEV). Essas ferramentas foram essenciais para a visualização das partículas de nutriente, permitindo a análise de suas formas, tamanhos e associações com outros componentes do LE.

O manuscrito de Guhl *et al.*, (2020) apresenta uma análise detalhada de cinzas de lama de esgoto, consideradas substâncias de grande complexidade. Através da aplicação de técnicas de mineralogia automatizada, o documento mapeia a distribuição de fosfato nas cinzas provenientes do tratamento de esgoto. As fases predominantes, que são susceptíveis à recuperação através de processos de lixiviação ácida, são identificadas. Esta caracterização minuciosa das fases presentes nas cinzas é essencial para o desenvolvimento de estratégias eficientes de recuperação de minerais, maximizando assim o aproveitamento deste recurso valioso.

4.2.6 Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Outra análise que tem sido uma forma de avaliar o perfil dos biochars é a espectroscopia com transformada de Fourier no infravermelho (FTIR). Estudos realizados por Mezhevova e Beresteneva (2023), Wang *et al.* (2022), Guhl *et al.* (2020) e Li *et al.* (2023) retratam essa abordagem para uma combinação de técnicas, para revelar características de sua estrutura porosa multifásica, incorporando fases amorfas e cristalinas. A composição pode se assemelhar à estrutura mineralógica do material, que por similaridade apresenta características que indicam seu potencial para o uso como suplemento nutricional para plantas. Tal aplicabilidade se dá pela presença de nutrientes na matriz biochar, os quais são indispensáveis para os processos fisiológicos vegetais, incluindo, mas não limitado à fotossíntese, respiração e síntese de proteínas.

A técnica de Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) tem sido aplicada na avaliação qualitativa de lodo ativado e digerido, assim como na investigação das alterações composicionais e estruturais de amostras de lodo bruto, não tratado, ativado e de esgoto. Através da análise por FTIR, é possível identificar compostos específicos presentes no lodo, tais como produtos resultantes de processos de descarboxilação e desaminação (Wiercik *et al.*, 2022).

Adicionalmente, a espectroscopia FTIR demonstrou sua eficácia na determinação dos grupos funcionais existentes no lodo, tanto pré quanto pós-adsorção. Esta análise proporciona conhecimentos prévios sobre os potenciais locais de adsorção e as modificações estruturais ocorridas, oferecendo uma compreensão detalhada dos mecanismos envolvidos na interação entre o lodo e substâncias adsorvidas. A integração da espectroscopia FTIR com técnicas de difração a laser foi adotada para uma avaliação mais aprofundada da composição, estrutura e propriedades das partículas presentes em suspensões de lodo, que partículas de menores dimensões apresentavam uma maior intensidade de absorção em certos intervalos de números de onda, indicativo da sensibilidade desta abordagem na caracterização de suspensões de lodo (Cunsolo *et al.*, 2021). Concluindo, a espectroscopia FTIR consolidou-se como uma ferramenta essencial para a caracterização e análise de lodo de esgoto, permitindo uma avaliação precisa das propriedades físico-químicas do material, técnica essa que oferece uma base sólida para o entendimento das complexidades associadas ao lodo, contribuindo significativamente para os avanços na gestão e no tratamento de resíduos.

5. METODOLOGIA

5.1 COLETA E PREPARO DAS AMOSTRAS

5.1.1 Coleta de amostras

Iniciou-se a coleta de amostras em três localidades distintas. Na estação de tratamento de esgoto (ETEs), todas gerenciadas pela BRK Ambiental, na região sul do estado do Espírito Santo. Cada amostra analisada constitui um conjunto composto por três subamostras, cada uma com a massa aproximada de 1,5(1) kg. Essas subamostras foram coletadas de locais distintos dentro da área de interesse da ETEs. A primeira amostragem ocorreu na ETE de Cachoeiro de Itapemirim – Centro. Nessa instalação, o LE foi finalizado com processos biológicos e físicos que conduzem à purificação do efluente. No mesmo dia da coleta na ETE de Cachoeiro de Itapemirim, também foram coletadas amostras em Itaoca, bairro Monte Cristo, no município de Cachoeiro de Itapemirim. Dois meses após essas coletas iniciais, uma amostra adicional foi obtida em Pacotuba, distrito de Cachoeiro de Itapemirim.

5.1.2 Secagem das amostras

Após a coleta das amostras de LE, essas foram submetidas a um processo de secagem à temperatura ambiente, dentre 25 entre 30 °C, e armazenadas na casa de vegetação, localizada na área experimental no campus de Alegre em Rive. O processo de secagem teve a duração de aproximadamente dois meses, evitando o período de maior precipitação, que ocorre na transição da primavera para o verão na região.

5.1.3 Preparação das amostras individuais

Cada amostra passou por um conjunto de procedimentos que visaram garantir sua qualidade e a representatividade, eliminando variabilidades que pudessem afetar a confiabilidade das características do lodo de esgoto coletado em diferentes locais. Inicialmente, foi realizada a secagem e o subsequente quartejamento. A moagem foi conduzida em um moinho de panela com o tempo de moagem padrão de 15 segundos, exceto para o material de Itaoca, que exigiu 30 segundos. Posteriormente, o material foi peneirado usando uma malha de 635 *mesh*. Após a pesagem em balanças qualitativas, as amostras foram armazenadas em recipientes de Polipropileno (PP) hermeticamente fechados e identificados por localidade da ETEs de origem, em armazenamento ambiente de 27 °C, podendo variar de acordo com a característica da estação.

5.2 PRODUÇÃO DO BIOCHAR POR PIRÓLISE

A produção do biochar foi realizada por meio do processo de pirólise, empregando LE como matéria-prima em uma adaptação dos termos da literatura Singh, Camps-Arbestain e Lehmann (2017), com os trabalhos do professor Passos, R. R. (2024). Para tal, utilizou-se uma mufla equipada com resistores de kanthal (FeCrAl) e um termopar Cromel/Alumel, capaz de medir temperaturas até 1100 °C. A mufla dispõe de uma cavidade útil de dimensões 10x10x30 cm³, dotada de um orifício para a injeção de gás, o que possibilita a formação de atmosferas controladas. O processo de pirólise foi padronizado, iniciando-se a partir da temperatura ambiente e procedendo-se ao aquecimento a uma taxa de 6 °C/min até alcançar a temperatura desejada para o tratamento. As amostras foram então mantidas a uma temperatura constante por um período de 45 minutos, após o qual a mufla foi desligada, permitindo o resfriamento natural até a temperatura ambiente (25 a 30 °C) das amostras. As pirólises foram executadas sob três diferentes regimes de temperatura: 350 °C, 550 °C e 750 °C, e em duas condições atmosféricas distintas: uma sob atmosfera saturada de argônio, assegurada por um fluxo contínuo do gás argônio, e outra sem fluxo, isto é, em equilíbrio com o ambiente externo da mufla.

Subsequentemente, as amostras de biochar resultantes foram submetidas à homogeneização e padronização. Este procedimento incluiu um novo peneiramento das amostras através de uma peneira de 635 *mesh*, com abertura de 20 micrômetros.

Após essa etapa as amostras foram pesadas utilizando uma balança quantitativa e armazenadas em ambiente a 30 °C, podendo variar de acordo com a característica da estação para análises subsequentes.

5.3. EXTRAÇÃO DE NUTRIENTES

Para a extração de componentes solúveis, foram selecionados os métodos de extração em meio ácido, para biochar, baseado na metodologia de Singh, Camps-Arbestain e Lehmann (2017), no artigo de base Wathudura *et al.* (2020), e o método Melich-1 da EMBRAPA, (2016) e quantificadas em secções subdividas disponíveis, disponível pseudo-total e disponível relativo à testatumnha em biochars derivados de lodo de esgoto, visando avaliar a influência do local de coleta do lodo de esgoto (LE) e das condições operacionais de pirólise, tais como a atmosfera e a temperatura, sobre a concentração e a disponibilidade deste nutriente essencial.

5.3.1 Determinação Disponível

Para a determinação dos elementos disponíveis (expresso em g/kg), empregou-se a técnica de extração por ácido clorídrico 1 M. Seguindo a etapa adaptada da metodologia original de Singh; Camps-Arbestain; Lehmann, (2017) foi utilizada a solução padrão de ácido clorídrico (HCl) 1 M, seguindo padrões de pureza e concentração para reagentes analíticos. Pesou-se 2,5000(3) g de cada amostra de biochar em uma balança analítica, as quais foram transferidas para frascos erlenmeyers de 100 mL. A cada frasco foram adicionadas 20 mL da solução ácida de HCl. Para prevenir evaporação e contaminação os frascos foram selados hermeticamente. Posteriormente, colocaram-se os erlenmeyers em mesa agitadora orbital, submetendo-os à agitação constante por 40 minutos a uma velocidade de 220 rpm. Após a agitação, o material foi deixado em repouso à temperatura ambiente aproximadamente a 26 °C por 16 horas. Após esse período, procedeu-se a filtração da solução de cada erlenmeyer, utilizando um papel filtro, quantitativo azul, referência 42 de retenção nominal 2 micros de filtração lenta. As soluções foram armazenadas

em recipientes de polipropileno ermeticamente fechados, que foram mantidos em geladeira, aproximadamente a 4 °C, até o momento das análises.

5.3.2 Determinação pseudo-total

A quantificação do conteúdo pseudo-total (também expresso em g/kg) foi realizada através da extração com ácido nítrico (HNO₃), utilizando um forno de micro-ondas. O experimento escolhido para a extração de nutrientes pseudo-total foi descrito pela literatura de wathudura *et al.*, (2020).

Para essa digestão utilizamos uma massa de 0,1(3) g transferida para o tubo de teflon. Adicionamos 10 ml de ácido nítrico (HNO₃, concentrado, P.A. 70%) ao recipiente, que foi agitado suavemente, o conjunto foi deixado em repouso à temperatura ambiente a aproximadamente 26 °C a 30 °C, por 15 minutos antes de ser submetido à digestão por micro-ondas. A digestão por micro-ondas, ocorreu sob condições padrões do forno de micro-ondas, com os parâmetros que incluíram uma temperatura de 200°C e uma pressão de 800 psi (aproximadamente 5515,8 kPa no Sistema Internacional de Unidades). O forno foi programado para uma rampa de aquecimento de 15 minutos e um período de espera de 20 minutos, em uma potência ajustada para um intervalo entre 900 - 1050 W.

Após a conclusão da digestão, o conteúdo foi transferido para balões volumétricos de 25 mL e completados com água ultrapura até o menisco. Após o término de cada extração, procedemos à filtração da solução em cada balão, foram submetidas à filtração da solução de cada erlenmeyer, utilizando um papel filtro, quantitativo azul, referência 42 de retenção nominal 2 micros de filtração lenta armazenadas em recipientes de polipropileno ermeticamente fechados e mantidos em geladeira, a aproximadamente 4 °C, até o momento das análises.

5.3.3 Determinação relativa

A comparação relativa à testemunha foi feita mediante a utilização da extração ácida pelo método de *Mehlich -1* pela literatura da (EMBRAPA, 2016), uma técnica

convencionalmente aplicada para a avaliação da disponibilidade de nutrientes em solos, portanto foi seguido nas proporções adaptadas em relação à massa reagente para adequação do material.

Pesou –se 1,0(3) g de biochar em uma balança analítica quantitativa, com quatro casas decimais e alocado em um tubo Falcon de 50 mL. Em seguida, 10 mL da solução padrão do extrator de *Mechich-1*. A solução de ácido clorídrico (HCl) em ácido sulfúrico (H_2SO_4), adicionados ao biochar no tubo Falcon. O tubo Falcon foi submetido a uma agitação orbital constante durante 30 minutos. Após essa etapa fez o período de repouso de 16 horas à temperatura ambiente de aproximadamente 26 °C a 30 °C.

As soluções resultantes após o repouso foram submetidas à filtração da solução de cada erlenmeyer, utilizando um papel filtro, quantitativo azul, referência 42 de retenção Nominal 2 micros de filtração lenta armazenadas em recipientes de polipropileno ermeticamente fechados e mantidos em geladeira, aproximadamente a 4 °C, até o momento das análises.

5.3.1. QUANTIFICAÇÃO DOS ELEMENTOS NO BIOCARVÃO PRODUZIDO

No âmbito deste estudo, a quantificação das concentrações dos íons sódio (Na) e potássio (K) presentes no biochar, derivado de material sintetizado, foi realizada mediante o emprego de um espectrofotômetro de emissão de chamas. Este equipamento encontra-se alocado no Laboratório de Solos, integrante do Departamento de Agronomia da Ufes, situado no Campus de Alegre. Para a determinação das concentrações dos cátions cálcio (Ca^{2+}), magnésio (Mg^{2+}) e manganês (Mn^{2+}), recorreu-se à técnica de Espectrometria de Absorção Atômica (AAS), implementada no Laboratório de Análises Químicas e Ambientais – LAQAM, do Departamento de Agronomia, pertencente à mesma instituição acadêmica e localizado no campus experimental, em Rive.

5.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Para analisar os dados coletados utilizou-se um delineamento inteiramente casualizado (D.I.C.) com configuração fatorial 3x2x3, com o objetivo de explorar o impacto das variadas condições de temperatura, atmosfera e localidade na disponibilidade dos elementos nos biochar sob o processo de pirólise, e foram estabelecidas três temperaturas de pirólise: 350 °C, 550 °C e 750 °C, sob influência direta das temperaturas de tratamento térmico sobre a composição química do biochar, conseqüentemente, sobre sua capacidade de disponibilizar nutrientes. A atmosfera de produção foi diferenciada entre controle: com fluxo de argônio e condições naturais (sem fluxo de argônio). As localidades de produção foram classificadas em três categorias: urbana (Cachoeiro de Itapemirim), municipal (Itaoca) e distrital (Pacotuba). Desenhada no Quadro 1 abaixo a identificação amostral:

Quadro 1 - Codificações das amostras empregadas.

Temperaturas	350 °C	T1
	550 °C	T2
	750 °C	T3
Regiões	Cachoeiro de Itapemirim	C1
	Itaoca	C2
	Pacotuba	C3
Amostras	1	R1
	2	R2
	3	R3
Atmosferas	Argônio	Ar
	Oxigênio	Ox

Fonte: A autora, 2024.

Os dados coletados foram analisados utilizando a análise de variância (ANOVA). Inicialmente, a ANOVA parte da hipótese nula (H_0), que pressupõe não haver diferença significativa entre os grupos analisados. Se a probabilidade de não haver diferença entre as amostras for menor que 0,05, rejeita-se a hipótese nula (H_0) em favor da hipótese alternativa (H_1). Essa diferença, considerada significativa entre os grupos, deve ser atribuída ao conjunto de variáveis estudadas na interpretação dos resultados.

5.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA NO BIOCHAR

5.6.1 Difração de raio X

Para a caracterização estrutural do biochar derivado de LE e do próprio lodo *in natura*, empregou-se a técnica de Difração de Raios X (DRX). As medições de DRX foram realizadas utilizando radiação Cu-K α com comprimento de onda ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). A varredura angular foi efetuada no intervalo de 10 a 70°, com incrementos de 0,02°. Este procedimento foi conduzido utilizando um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD-600, situado no Laboratório de Materiais Carbonosos (LMC) da Ufes. As amostras analisadas estavam em forma de pó.

Nas análises, das medidas de difração de raios X, das amostras, foram identificadas as fases com as maiores concentrações, identificando as reflexões com os índices de Miller correspondentes às fases existentes, com cores diferentes.

5.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com (EDS), microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), fabricado pela JEOL, modelo JSM-6610 LV, com voltagem de aceleração ajustável de 300 V a 30 kV e capacidade de resolução de 3,0 nm a 30 kV e 15 nm a 1 kV, e equipado com um filamento de tungstênio, permitindo magnificações que variam de 5X até 300.000X, com EDS acoplado fabricado pela Bruker, modelo XFlash® Detector 610. Para complementar a análise, recorreu-se também ao Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), do fabricante JEOL, modelo JEM-1400, com uma voltagem de aceleração de até 120 kV e uma resolução de 0,3 nm (120 kV). As medidas foram realizadas no Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins (Luccar), Ufes Campus de Maruípe.

5.6.3 Infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR)

Na investigação das propriedades químicas do biochar resultante de diversos tratamentos, a caracterização dos grupos funcionais presentes nas amostras foi realizada empregando a técnica de *Fourier Transform Infrared* (FTIR), equipamento do laboratório Labpetro Ufes, Campus de Vitória.

Para a preparação das amostras para a análise espectroscópica, procedeu-se a mistura de cada amostra de biochar com KBr em uma proporção de 1:100, visando otimizar a dispersão da amostra e a transmissão de luz através do disco formado. A mistura resultante foi então submetida à prensagem, formando discos homogêneos sob uma pressão de 80 kN (kilo Newton) durante um período de 2 minutos.

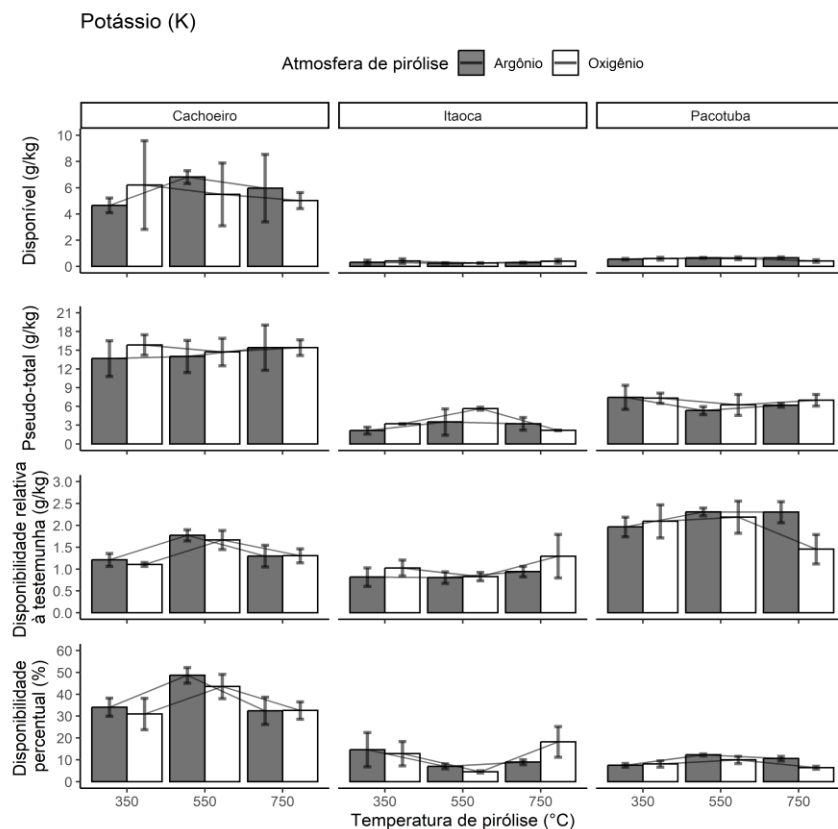
6. RESULTADOS DISCUSSÃO

6.1 ANÁLISE QUANTIFICATIVA EM BIOCHAR DE LODO DE ESGOTO

6.1.1 Disponibilidade de potássio (K)

O potássio (K), macronutriente primário, elemento chave na nutrição vegetal, desempenha funções essenciais no metabolismo das plantas, incluindo a regulação osmótica, a ativação enzimática, a fotossíntese, entre outros (ABEDIN; UNC, 2020). Na Figura 8, mostra 12 gráficos com os resultados das medidas de análise da disponibilidade do K, para as três localidades, temperaturas de pirólise e atmosfera de tratamento. A disponibilidade se dividiu em: total, pseudo-total, relativo a testemunha e percentual.

Figura 8 - Disponibilidade do K em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.



Fonte: A autora (2024).

A análise da concentração da disponibilidade do K mostra que o local do biochar proveniente de Cachoeiro e a temperatura (550 °C) exercem o maior efeito significativo sobre a concentração de K para a atmosfera de argônio. A não significância observada entre as atmosferas argônio e oxidante reforça a conclusão de que a composição atmosférica, especificamente a presença de oxigênio, não altera significativamente a disponibilidade de potássio. Em geral, a temperatura de 550 °C em atmosfera de argônio otimiza a disponibilidade total de K do Biochar proveniente de Cachoeiro de Itapemirim, alcançando uma média de 15 g/kg, equivalente a 35% do K⁺ total disponível.

Foi observado que, a disponibilidade percentual da concentração de K nos biochars produzidos não ultrapassou 60% em nenhum dos casos estudados, apresentando um máximo em 550 °C, sendo uma média de aproximadamente 25%.

Do ponto de vista físico-químico temperaturas de pirólise mais altas (>500 °C) aumentam o conteúdo total de K, enquanto temperaturas mais baixas aumentam as frações de K solúvel em água (BILIAS *et al.*, 2023), resposta que se assemelha ao resultado desse estudo, assim como as descrições dos estudos de Yan *et al.*, (2019), na dinâmica do K, onde a caracterização em solos enriquecidos com biochar há condição em relação a umidade e seus efeitos na disponibilidade desse elemento.

Com relação ao impacto do biochar na liberação do transporte de nutrientes no sistema solo-planta há influência dos ciclos biogeoquímicos e na eficiência nutricional em agroecossistemas (YAN *et al.*, 2019). Logo, a concentração de íons K⁺ no biochar de LE varia em função da temperatura. No trabalho de Zoghلامي *et al.*, (2021) evidencia que há temperaturas ideais, exemplo 420 °C, nesta temperatura para a reutilização já é seguro usar o LE como corretivo do solo, sugerindo que ela minimiza a toxicidade da carga microbiana do biochar LE, tendo uma correlação positiva em relação aos resultados com o trabalho.

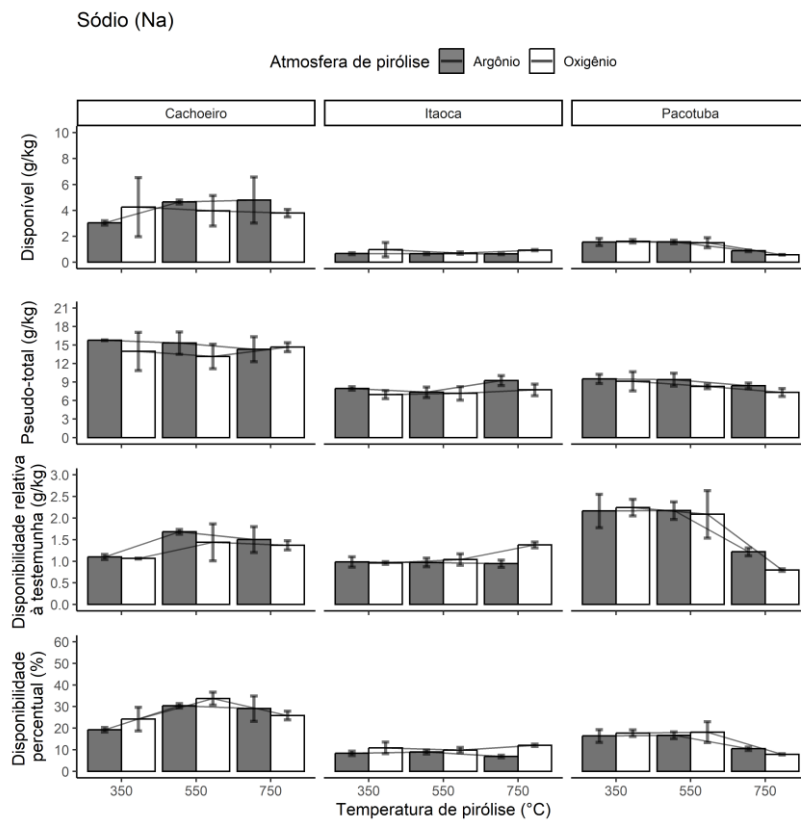
Quando observadas as cinzas resultantes do biochar, produzidas por ambientes controlados experimentalmente, observou-se uma variação na taxa de recuperação de K desses biochars no estudo entre 31% a 86%, para atmosfera de nitrogênio pelo trabalho de Li; Rubæk; Sørensen, (2018), que correspondente a proximidade de faixa, obtido como resultado o trabalho em questão, usando a atmosfera de argônio.

6.1.2 Disponibilidade de sódio (Na)

O sódio (Na), este elemento químico deve ser aplicado de maneira criteriosa, levando em conta a tolerância das culturas a salinidade e as particularidades do solo, revelando-se uma ferramenta para o manejo agrônômico (Mühling; Läuchli, 2001; Wakeel *et al.*, 2011).

A Figura 9, mostra 12 gráficos com os resultados das medidas de análise da disponibilidade do Na, para as três localidades, temperaturas de pirólise e atmosfera de tratamento. A disponibilidade se dividiu em: total, pseudo-total, relativo a testemunha e percentual.

Figura 9 - Disponibilidade do Na em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.



Fonte: A autora (2024).

Sobre a disponibilidade do Na, os resultados foram bem distintos, comentando por ordem de significância tem-se: biochar proveniente de Cachoeiro, Pacotuba e Itaoca. Para a disponibilidade, o efeito da temperatura foi maior para biochar

proveniente de Cachoeiro a 550 °C, com atmosfera de argônio, chegando a um valor máximo de 4,5 g/kg. Para biochar proveniente de Pacotuba, a disponibilidade diminuiu para a temperatura de 750 °C, nas duas atmosferas. Para biochar proveniente de Itaoca não foram observadas diferenças significativas.

Quanto ao teor de Na pseudo-total: não houve variação significativa para biochar proveniente de Cachoeiro. Para biochar proveniente de Pacotuba, apesar de uma leve diminuição com o aumento da temperatura a variação é menor que a incerteza das medidas, assim não é possível afirmar que houve variação. Para biochar proveniente de Itaoca só houve uma pequena variação positiva para a temperatura de 750 °C.

Quanto a disponibilidade relativa à testemunha: para o biochar proveniente de Pacotuba apresentou o maior valor de Na, para as temperaturas de 350 °C e 550 °C e as duas atmosferas, sendo que, houve uma queda muito significativa para a temperatura de 750 °C nas duas atmosferas. Para biochar proveniente de Cachoeiro, os maiores valores foram para 550 °C e 750 °C, não havendo diferença significativa entre as duas temperaturas. Para biochar proveniente de Itaoca, só teve um caso com diferença significativa positiva, que foi para 750 °C em atmosfera de oxigênio.

Quanto à disponibilidade percentual de Na, o biochar proveniente de Cachoeiro apresentou uma disponibilidade máxima, a 550 °C, de 33% para a atmosfera de oxigênio e 30% para argônio, mas não há diferença significativa entre os dois resultados. Para biochar proveniente de Pacotuba houve uma diminuição significativa para a temperatura de 750 °C, nas duas atmosferas.

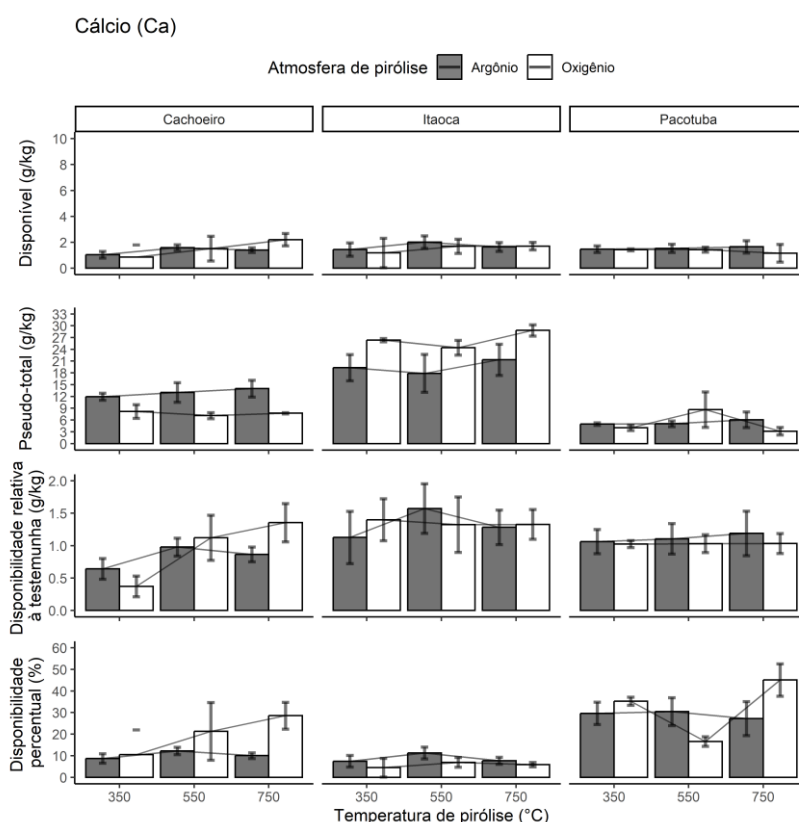
Quando confrontado com a literatura observamos que biochar de LE, no solo tem sido estudado. No trabalho de Awasthi *et al.*, (2017) ao examinar os efeitos sinérgicos de combinar biochar com zeólita em diferentes proporções durante o processo de compostagem, potencializaram significativamente a eficiência da compostagem. Esta sinergia foi evidenciada por melhorias na qualidade do composto final e aspectos como temperatura, capacidade de retenção de água, redução nas emissões de CO₂, condutividade elétrica (EC), conteúdo solúvel em água e a concentração de macronutrientes.

6.1.3 Disponibilidade de cálcio (Ca)

Cálcio (Ca) é crucial para a fisiologia vegetal, com o Ca contribuindo para a defesa contra patógenos e atuando como mensageiro celular, é absorvido pelas raízes e predominantemente transportado via apoplástica. Esta via contrasta com a via simplástica, na qual o transporte ocorre através do citoplasma das células e é facilitado pelas junções intercelulares chamadas plasmodesmas (Huber; Jones, 2013; Aghofack-Nguemezi; Numbo; Nkumbe, 2014).

A Figura 10, mostra 12 gráficos com os resultados das medidas de análise da disponibilidade do Ca, para as três localidades, temperaturas de pirólise e atmosfera de tratamento. A disponibilidade se dividiu em: total, pseudo-total, relativo a testemunha e percentual.

Figura 10 - Disponibilidade do Ca em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.



Fonte: A autora (2024).

Foram observados resultados distintos para a disponibilidade de Ca, com valores em ordem decrescente de biochars de LE nas localidades de Itaoca, Pacotuba e Cachoeiro.

Para o biochar proveniente de Itaoca, a disponibilidade de Ca não foi influenciada pela temperatura, atingindo um valor médio de 2,0 g/kg. Para o biochar proveniente em Pacotuba, apesar de uma leve diminuição com o aumento da temperatura, a variação foi menor que a incerteza das medições, não permitindo afirmar que houve variação significativa. Para o biochar proveniente em Cachoeiro, observou-se uma pequena variação positiva na temperatura a 750 °C em atmosfera de oxigênio.

Quanto ao teor pseudo-total de Ca, para o biochar proveniente em Itaoca só apresentou variação significativa a 750 °C, alcançando o valor de 30 g/kg, a 750 °C em atmosfera de oxigênio. Para o biochar proveniente em Pacotuba, houve um aumento relativo não significativo em atmosfera de oxigênio a 550 °C, mas a 750 °C, a tendência foi contrária à observada em atmosfera de oxigênio, com uma queda significativa a 750 °C. Para o biochar proveniente em Cachoeiro, não houve mudanças significativas com a temperatura e somente as amostras tratadas com argônio apresentaram uma disponibilidade bem maior.

Em relação à disponibilidade relativa à testemunha, para o biochar proveniente em Itaoca apresentou o maior valor a 550 °C, em atmosfera de argônio, mas sem diferença significativa em relação às outras amostras. Para o biochar proveniente em Pacotuba não houve diferença significativa entre temperaturas e atmosferas. Para o biochar proveniente em Cachoeiro, os maiores valores foram registrados, para a atmosfera de oxigênio, a 550 °C e 750 °C, sem diferenças significativas entre essas temperaturas. Para a atmosfera de argônio, o maior valor foi para 550 °C, tendo uma variação não significante para 750 °C.

Quanto à disponibilidade percentual de Ca, para o biochar proveniente em Pacotuba alcançou um valor máximo de 47%, a 750 °C, em atmosfera de oxigênio, sendo que apresentou um valor muito baixo (20 %), a 550 °C, e as três amostras tratadas em atmosfera de argônio, apresentaram um valor médio de 29(5) %, não evidenciando uma diferença significativa entre esses resultados. Para o biochar proveniente em Cachoeiro, as amostras tratadas com oxigênio apresentaram um comportamento ascendente com máximo a 750 °C, com um percentual de 29(6) %, contudo, devido às incertezas, não há diferença significativa em relação à amostra de 550 °C. As amostras tratadas com oxigênio apresentaram um valor médio de 10(2)%, não havendo diferença significativa em relação às temperaturas. Para o biochar

proveniente em Itaoca, apesar da amostra tratada em atmosfera de argônio a 550°C se sobressair, não houve variação significativa entre as seis amostras.

Evidencia na literatura o comportamento, variação dos efeitos da temperatura sobre as concentrações de Ca e Mg, em uma pirólise de 220 °C produziu biocarvão ácido, com um maior teor de Ca e Mg com ácido acético em comparação com o lodo não pirolisado (MERCL *et al.*, 2020). Ao contrário da pirólise a 420 °C que resultou em menores teores disponíveis de Ca e Mg em comparação com o lodo não pirolisado (XIAO; REN; CHEN, 2022). Entretanto, a uma temperatura intermediária, de 320°C, houve uma queda significativa no conteúdo de Ca e Mg disponíveis (GU *et al.*, 2020), que se encontra dentro da faixa da temperatura de pirólise aplicada neste trabalho.

Presume-se que a possível presença de cálcio nos biocarvões indique seu potencial uso como agente de calagem. Além disso, conforme apontado por Biederman e Harpole (2013), a composição do solo influencia significativamente a concentração de nutrientes nos resíduos. Resultado que se aproxima com relação aos resultados do biochar proveniente da região de “Itaoca Pedra”, que apresenta concentrações de cálcio aparente ao descrito na literatura.

Para concentração de nutrientes nos biochars, trabalhos na literatura presumem que o comportamento é influenciado tanto pela composição elemental da matéria-prima quanto pela sua estrutura molecular. Isto que no trabalho resultados próximos ao biochar proveniente do município de Itaoca, valores que podem estar correlacionados com a associação a frações orgânicas mineralizadas em temperaturas e atmosfera. (Mercl *et al.*, 2020).

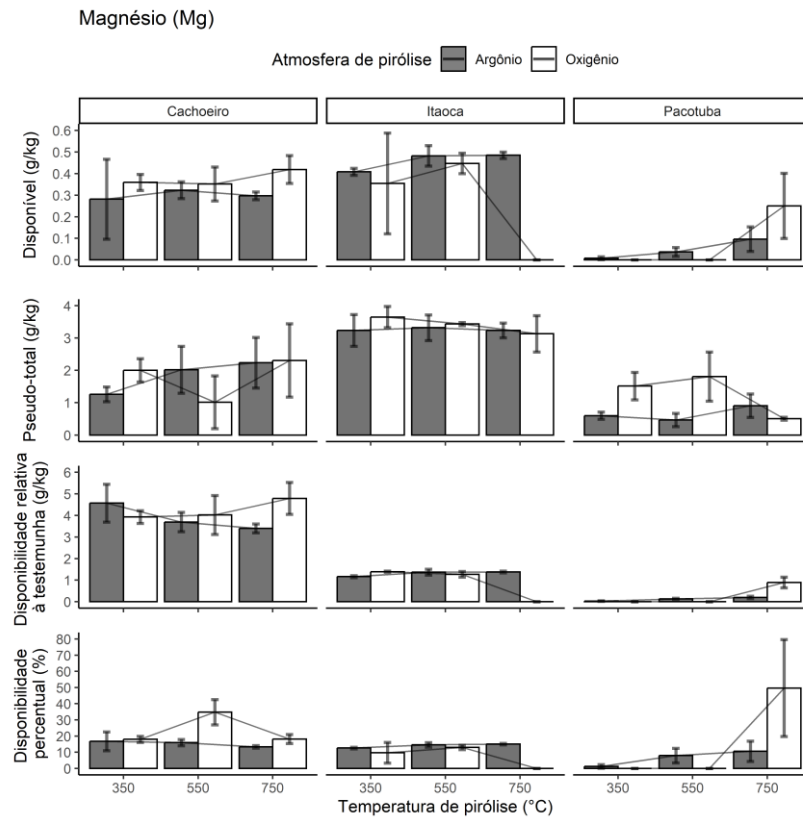
6.1.4 Disponibilidade de magnésio (Mg)

O magnésio (Mg) desempenha papéis fundamentais na fisiologia vegetal, sendo essencial para a síntese de clorofila e, conseqüentemente, para a fotossíntese. Sua participação não se limita à conversão de luz em energia, estendendo-se a processos vitais como a ativação enzimática, a manutenção da integridade dos ácidos nucleicos e o equilíbrio iônico. (Huber; Jones, 2013; Aghofack-Nguemezi; Numbo; Nkumbe, 2014).

A Figura 11, mostra 12 gráficos com os resultados das medidas de análise da disponibilidade do Mg, para as três localidades, temperaturas de pirólise e atmosfera

de tratamento. A disponibilidade se dividiu em: total, pseudo-total, relativo a testemunha e percentual.

Figura 11 - Disponibilidade do Mg em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.



Fonte: A autora (2024).

Quanto a disponibilidade de Mg, os resultados apresentam valores decrescentes a partir da localidade de Itaoca, Cachoeiro e Pacotuba. Para biochar proveniente de Itaoca, o efeito da temperatura de pirólise foi mais significativo a 550 e 750 °C, sob atmosfera de argônio, atingindo um valor máximo de 0,48(3) g/kg. Contudo, as amostras com atmosfera de oxigênio, tratadas a 350 °C e 550 °C não apresentam diferença significativa com as duas amostras anteriores tratadas com argônio, devido ao erro padrão em relação à média. Observou-se um resultado que contrasta com o esperado para a amostra tratada sob atmosfera de oxigênio, com uma variação muito significativa chegando quase nula a 750 °C. Para biochar proveniente de Cachoeiro, não houve variação significativa entre as amostras devido à temperatura, para cada atmosfera. O valor máximo para as amostras tratadas com oxigênio foi de 0,42(6) g/kg e o valor médio de 0,38(6) g/kg. Só houve diferença

significativa entre as amostras tratadas a 750 °C. Para biochar proveniente de Pacotuba, as concentrações foram muito baixas nas temperaturas inferiores, aumentando significativamente para 750 °C. Para as amostras tratadas em oxigênio, nas temperaturas de 350 °C e 550 °C, o resultado ficou menor que a incerteza da medida, e aumentou significativamente para 1,25(15) g/kg. Para as amostras tratadas em atmosfera de argônio, não houve mudança significativa entre 350 °C e 550 °C, do mesmo modo para as amostras entre 550 °C e 750 °C, mas foi significativo entre 350 °C e 750 °C. Apesar da grande diferença entre as amostras com atmosferas diferentes, tratadas a 750 °C, não há diferenças significativas entre elas devido às incertezas.

Quanto ao teor pseudo-total de Mg, para biochar proveniente de Itaoca não houve diferença significativa em relação às temperaturas e atmosferas de tratamento. O valor máximo para a atmosfera de oxigênio na temperatura de 350 °C foi de 3,7(3) g/kg e para o argônio a 550 °C foi de 3,3(4) g/kg. Para biochar proveniente de Cachoeiro, também não houve diferença significativa em relação às temperaturas e atmosferas de tratamento. O valor máximo na temperatura de 750 °C para a atmosfera de Oxigênio foi de 2,3(1,1) g/kg e para o argônio a 550 °C foi de 2,2(7) g/kg. Para biochar proveniente de Pacotuba, as amostras tratadas com argônio não apresentaram diferença significativa entre elas, sendo o maior valor 0,9(3) g/kg. Para as amostras tratadas com oxigênio, o maior valor foi 1,8(7) g/kg para a temperatura de 550 °C, não tendo diferença significativa em relação à amostra de 350 °C. Apesar da diferença entre os máximos das duas atmosferas, não houve diferença significativa devido às incertezas das médias para cada atmosfera.

Quanto à disponibilidade relativa à testemunha, para biochar proveniente de Cachoeiro as amostras tratadas com oxigênio não apresentaram diferença significativa entre elas, sendo o maior valor 4,8(8) g/kg para a temperatura de 750 °C. Para as amostras tratadas com argônio, o maior valor foi de 4,6(8) g/kg para a temperatura de 350 °C, não tendo diferença significativa em relação à amostra de 550 °C, bem como, entre 550 °C e 750 °C, mas houve entre as amostras de 350 °C e 750 °C. Apesar da diferença entre os máximos das duas atmosferas, não houve diferença significativa devido às incertezas das médias para cada atmosfera. Para biochar proveniente de Itaoca, o comportamento foi mais estável nas duas atmosferas, sem tendência significativa nas disponibilidades relativas à testemunha entre 350 °C e 550 °C, tornando-se significativo apenas sob atmosfera de oxigênio a 750 °C. Para biochar

proveniente de Pacotuba, as concentrações foram muito baixas nas temperaturas inferiores, aumentando significativamente para 750 °C, para as amostras tratadas em oxigênio, com valor máximo de 0,9(2) g/kg. Para as amostras tratadas em atmosfera de argônio, não houve mudança significativa apesar de apresentarem valores muito baixos.

Quanto à disponibilidade percentual, para biochar proveniente de Pacotuba atingiu um máximo de 50(30) % a 750 °C sob atmosfera de oxigênio e 10(8) % sob atmosfera de argônio, com diferenças significativas entre os resultados. Para biochar proveniente de Cachoeiro não houve diferença significativa em relação à temperatura para as amostras tratadas com argônio, sendo o maior valor de 17(6) % para a temperatura de 350 °C. Para as amostras de oxigênio houve variação significativa para a temperatura de 550 °C com valor máximo de 35(6)% e não houve entre as amostras de 350 °C e 750 °C. Para biochar proveniente de Itaoca, o comportamento foi mais estável nas duas atmosferas, sem tendência significativa nas disponibilidades relativas à testemunha entre 350 °C e 550 °C, com valor médio de 12(3)%, tornando-se significativo apenas sob atmosfera de oxigênio a 750 °C, com valores tendendo a zero.

Na literatura o biochar, obtido pela queima de lodo de esgoto a 400 °C, influencia a adsorção e movimentação de metais pesados no solo, incluindo Mn, Cr, Cu e Zn. Descobriu-se que o biochar diminui a mobilidade desses metais em solos poluídos e melhora a capacidade do solo de neutralizar ácidos, reduzindo a presença de metais no lixiviado. Isso sugere que o biochar de lodo de esgoto pode ser eficaz na remediação de solos contaminados (ZHOU *et al.*, 2017).

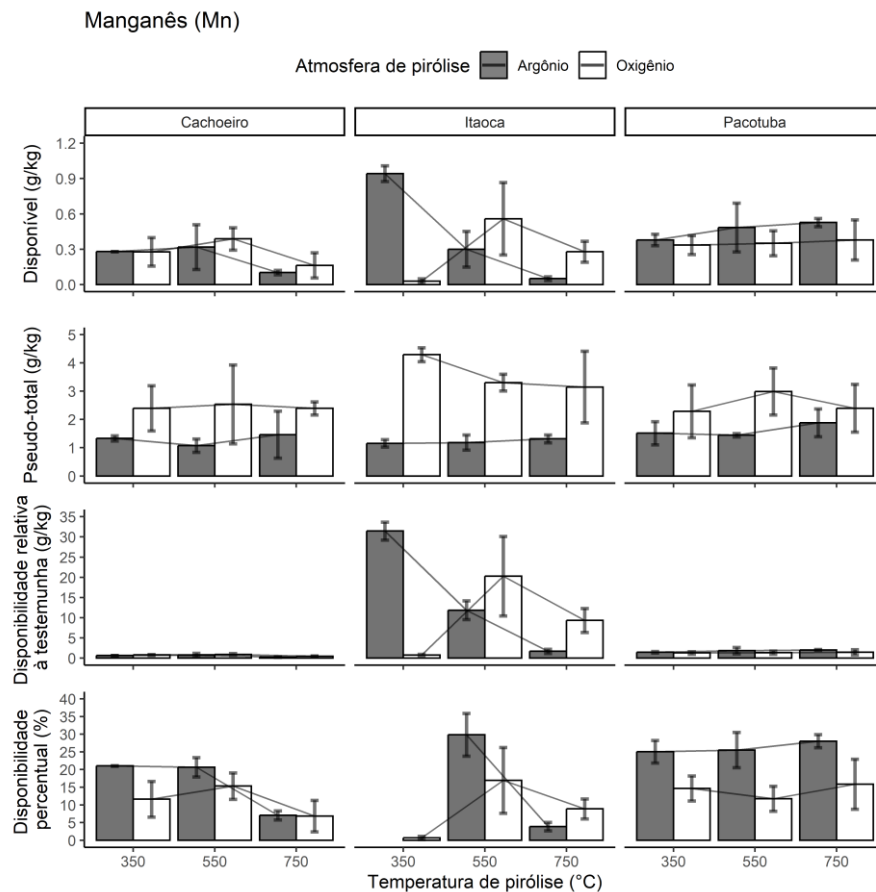
As capacidades máximas observadas na literatura foram para solução monometálica e 2,475, 8,204, 1,01 e 5,415 mg/g, respectivamente, na solução multimetálica. As capacidades de adsorção de Mn, Cu e Zn diminuíram na solução multimetálica devido à adsorção competitiva, enquanto a capacidade de Cr aumentou, reduzindo a mobilidade dos metais em solos contaminados e melhorando a resistência do solo contra a acidificação, resultando em menores concentrações de metais no lixiviado (ZHOU *et al.*, 2017).

6.1.5 Disponibilidade do manganês (Mn)

Classificado como um micronutriente, o manganês (Mn) desempenha um papel fundamental em diversos processos metabólicos e fisiológicos das plantas. Sua importância é destacada, especialmente como cofator de várias metaloenzimas, notadamente no complexo evolutivo de oxigênio, ou seja, Mn é crucial para catalisar a divisão da água durante a fotossíntese (Hänsch; Mendel, 2009).

A Figura 12, mostra 12 gráficos com os resultados das medidas de análise da disponibilidade do Mn, para as três localidades, temperaturas de pirólise e atmosfera de tratamento. A disponibilidade se dividiu em: total, pseudo-total, relativo a testemunha e percentual.

Figura 12 - Disponibilidade do Mn em função da localidade, temperatura de pirólise e atmosfera de tratamento do biochar de lodo de esgoto.



Fonte: A autora (2024).

Em relação à disponibilidade do Mn, os valores estão apresentados em ordem decrescente de magnitude. Para biochar proveniente de Itaoca a maior concentração foi a 350 °C, sob atmosfera de argônio, alcançando um valor máximo de 0,95(5) g/kg, com diminuição significativa nos valores com o aumento da temperatura. Para a

atmosfera de oxigênio houve um máximo em 550 °C, de 0,55(30) g/kg, sendo que não houve diferença significativa em relação à amostra de 750 °C. Os dois máximos possuem uma diferença significativa a favor da atmosfera de argônio. Para biochar proveniente de Pacotuba, não há diferença significativa entre as amostras tratadas com oxigênio, com um valor médio de 0,36(10) g/kg. Para as amostras tratadas em argônio, o valor máximo foi de 0,50(8) g/kg para a temperatura de 750 °C, contudo não apresentou diferença significativa para a amostra de 550 °C e sim para a de 350 °C, mas não houve diferença significativa entre os dois máximos. Para biochar proveniente de Cachoeiro, O valor máximo foi para a amostra de oxigênio a 550 °C com o valor de 0,4(1) g/kg, sem diferença significativa para a amostra de 350 °C. A amostra de argônio também teve um máximo de 0,35(10) g/kg para 550 °C, sem diferença significativa para a amostra de 350 °C. Porém, as duas máximas não apresentam diferença significativa.

Quanto ao teor pseudo-total de Mn, para biochar proveniente de Itaoca, não há diferença significativa entre as amostras tratadas com argônio, com um valor máximo de 1,2(1) g/kg, para a temperatura de 750 °C. Para as amostras tratadas em oxigênio, o valor máximo foi de 4,3(2) g/kg para a temperatura de 350 °C, contudo não apresentou diferença significativa para a amostra de 750 °C e sim para a de 550 °C. Mas, neste caso houve diferença significativa entre os dois máximos a favor da amostra tratada com oxigênio. Para biochar proveniente de Pacotuba, não há diferença significativa entre as amostras tratadas com argônio, com um valor máximo de 1,9(1) g/kg para 750 °C. Para as amostras tratadas em oxigênio, o valor máximo foi de 3,0(8) g/kg para a temperatura de 750 °C, contudo não apresentou diferença significativa para a amostra de 350 °C e de 550 °C, mas a amostra de argônio, a 750 °C, não apresenta diferença significativa em relação às amostras de oxigênio. Para biochar proveniente de Cachoeiro, não há diferença significativa entre as amostras tratadas com argônio, com um valor máximo de 1,5(7) g/kg para a temperatura de 750 °C. Para as amostras tratadas em oxigênio não há diferença significativa entre as três temperaturas, sendo que o valor máximo foi de 2,5(1,4) g/kg para a temperatura de 550 °C, mas a amostra de argônio, a 750 °C, não apresenta diferença significativa em relação às amostras de oxigênio.

Em relação à disponibilidade relativa à testemunha, a biochar proveniente de Itaoca apresentou o maior valor de Mn, de 32(2) g/kg, a 350 °C sob atmosfera de argônio, e a concentração diminuiu significativamente com o aumento da temperatura.

Para a atmosfera de oxigênio, a concentração máxima foi de 20(10) g/kg a 550 °C, não tendo diferença significativa com a amostra de 750 °C. Contudo, a amostra de argônio a 350 °C não tem diferença significativa em relação à amostra de oxigênio a 550 °C. Para biochar proveniente de Pacotuba e Cachoeiro, não houve diferenças significativas entre as temperaturas e atmosferas.

Quanto à disponibilidade percentual de Mn, para biochar proveniente de Itaoca apresentou uma disponibilidade máxima, a 550 °C, de 30(6) % sob atmosfera de oxigênio, e as amostras, nas três temperaturas apresentam diferença significativa. As amostras sob argônio apresentaram um valor máximo de 17(9) % a 550 °C que não tem diferença significativa em relação à amostra a 750 °C. Ainda mais, a melhor amostra de argônio a 550 °C não tem diferença significativa para a amostra de oxigênio a 750 °C. Para biochar proveniente de Pacotuba, não há diferença significativa entre as amostras tratadas com argônio, com um valor máximo de 26(2) %, para a temperatura de 750 °C. Para as amostras tratadas em oxigênio, também não houve diferença significativa entre as temperaturas, com um valor máximo de 16(6) % para a temperatura de 550 °C. Mas, neste caso houve diferença significativa entre os dois máximos a favor da amostra tratada com argônio. Para biochar proveniente de Cachoeiro, o maior percentual foi de 21(1) %, a 350 °C, sem diferença significativa para com a amostra de 550 °C, para a atmosfera de argônio. Para atmosfera de oxigênio, o maior valor foi de 15(4) %, a 550 °C, não tendo variação significativa com a amostra de 350 °C. Mas, neste caso houve diferença significativa entre a amostra de argônio a 350 °C e a amostra de oxigênio a 550 °C, a favor da amostra tratada com argônio.

Na literatura a explicação dos dados acima é que atmosferas inertes desempenham um papel crucial na prevenção da oxidação do Mn, assegurando assim sua manutenção em formas mais solúveis e bioacessíveis (Mujtaba *et al.*, 2021).

Paralelamente, análises quantitativas, para biochar proveniente de Itaoca revelaram concentrações médias de Mn variando entre 1,0 a 1,2 g/kg, que denotam uma disponibilidade significativa quando contrastadas com valores de referência, evidenciando a consistência dos resultados dentro dos parâmetros de homocedasticidade e distribuição normal. Em um espectro mais amplo, atmosferas oxidantes parecem catalisar o enriquecimento do Mn total em diversas localidades. Contudo, foi na atmosfera de argônio que se registrou um pico de disponibilidade semitotal de Mn, alcançando até 30 %. Este achado ressalta a eficácia de atmosferas

inertes em potencializar a disponibilidade de micronutrientes vitais, como o Mn, ao impedir sua oxidação e, por conseguinte, promover a preservação de sua forma mais solúvel (Mujtaba *et al.*, 2021).

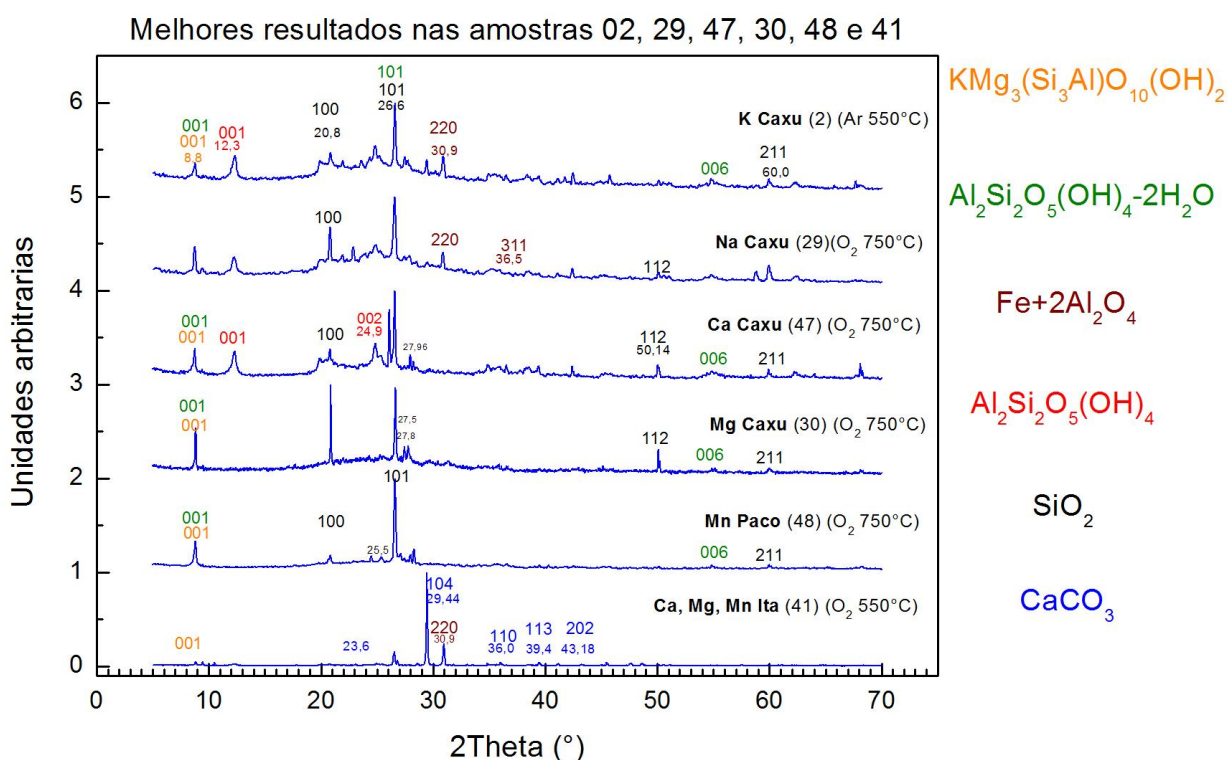
A administração no setor agrícola apresenta perspectivas promissoras para a detoxificação e reutilização de LE enriquecido com nutrientes (Efthymiou *et al.*, 2023; Lilli *et al.*, 2023; Junior; Guo, 2022). Por ter observado que a incorporação do lodo de esgoto ao solo promove um incremento na diversidade alfa e provoca alterações taxonômicas específicas em comunidades bacterianas, tais modificações são moduladas por variáveis como o pH do solo e a disponibilidade de fósforo (Li *et al.*, 2023).

6.2 ANÁLISE QUALITATIVA DA COMPOSIÇÃO MINERAL EM AMOSTRAS DE BIOCHAR DO LODO DE ESGOTO

6.2.1 Medidas de difração de raios X

A Figura 13 mostra os gráficos, de difração de Raios X, das amostras que apresentaram as maiores concentrações de cada elemento, nas medidas de espectrometria de absorção atômica. Do lado direito da figura estão listadas as composições químicas encontradas das estruturas cristalinas nas amostras que demonstraram os melhores resultados, de acordo com a interpretação do pico em relação à sua face centrada cristalina.

Figura 13 - Gráfico com os espectros de difração das amostras que apresentaram as maiores concentrações de cada elemento.



Fonte: A autora (2024).

Compostos com concentrações abaixo de 5% são difíceis de ser detectados por difração de raios X., portanto para a análise quantitativa pressupõe que na amostra 29, para biochar proveniente de Cachoeiro de Itapemirim, tratada a 550 °C em atmosfera de oxigênio, foi a que apresentou o maior valor da concentração de Na, que diferiu com relação à análise da espectrometria de absorção atômica, nos resultados da análise quantitativa 6.1.1.

A amostra 47, biochar proveniente de Pacotuba, tratada a 750 °C em atmosfera de oxigênio, foi a que apresentou o maior valor da concentração de Ca, em uma comparação com os resultados da espectrometria de absorção atômica, também teve o comportamento semelhante da amostra anterior sem a presença significativa do complexo inorgânico, $Fe+2Al_2O_4$, que constitui a presença dos grupos ferro e alumínio.

Na amostra 30, do biochar proveniente de Cachoeiro de Itapemirim, tratada a 750 °C em atmosfera de oxigênio, que apresentou o maior valor da concentração de Mg, por espectrometria de absorção atômica, teve comportamento semelhante ao anterior, com a presença do Mg associado a outros elementos, sem a presença do complexo inorgânico $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, que constitui a presença do grupo de alumínio.

A amostra 41, do biochar proveniente de Itaoca, tratada a 550°C em atmosfera de oxigênio, difere bastante das anteriores, não apresentando sinais de formação de carbonização, com uma grande diminuição do SiO_2 e predominância da formação de $CaCO_3$. Para esse resultado sugere que o processo de extração ácida não foi eficiente para retirar o Ca do biochar em sua matriz.

Para amostra 48, biochar proveniente da localidade de Pacotuba, tratada a 750 °C em atmosfera de oxigênio, juntamente com a amostra 41, apresentaram o maior valor da concentração de Mn, por espectrometria de absorção atômica. A amostra 48, em relação à amostra anterior, apresentou uma diminuição da concentração de SiO_2 . Os espectros, neste caso, indicou-se a predominância de SiO_2 , com a presença de $KMg_3(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$, $Fe_2Al_2O_4$ e $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. Sugerindo os seguintes compostos catalogados, pela base de dados, citados na tabela 1:

Tabela 1 – Possíveis compostos inorgânicos de difração de raios X gerados:

Nome do Composto	Fórmula Química
Cachoeiro	
Aluminum Phosphate Hydrate	$\text{AlPO}_4 \cdot 1.085 \text{H}_2\text{O}$
Calcium Iron Oxide Chloride	CaFeO_2Cl
Illite-2\ITM#1\RG	$(\text{K}, \text{H}_3\text{O}) \text{Al}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$
Kaolinite-1\ITMd\RG	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
Phlogopite-1\ITM\RG, syn	$\text{KMg}_3(\text{Si}_3\text{Al}) \text{O}_{10} \text{F}_2$
Quartz	SiO_2
Itaoca	
Annite-1\ITM\RG, aluminian	$\text{K}_2(\text{Fe}_5 + 2\text{Al}) \text{Si}_5\text{Al}_3\text{O}_{20} (\text{OH})_4$
Calcite, syn	$\text{Ca} (\text{CO}_3)$
Calcium Carbonate	CaCO_3
Dolomite	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
Kaolinite-1\ITMd\RG	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
Nickel Silicate Hydroxide	$\text{Ni}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
Quartz	SiO_2
Pacotuba	
Quartz	SiO_2
Berlinite, syn	AlPO_4
Potassium Cobalt Aluminum Silicate Hydroxide	$\text{KCo}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Fonte: Base de dados do *Powder Diffraction File*, (2024).

Na tabela, os nomes dos compostos foram mantidos em sua forma original, conforme obtidos da base de dados de referência para identificação de materiais por difração de raios X, a *Powder Diffraction File* (PDF). Esta base de dados é desenvolvida e mantida pelo *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). A PDF contém padrões de difração abrangentes de uma variedade de materiais e é amplamente utilizada em programas de análise de difração de raios X para identificar substâncias, comparando os padrões experimentais com os presentes em sua base de dados.

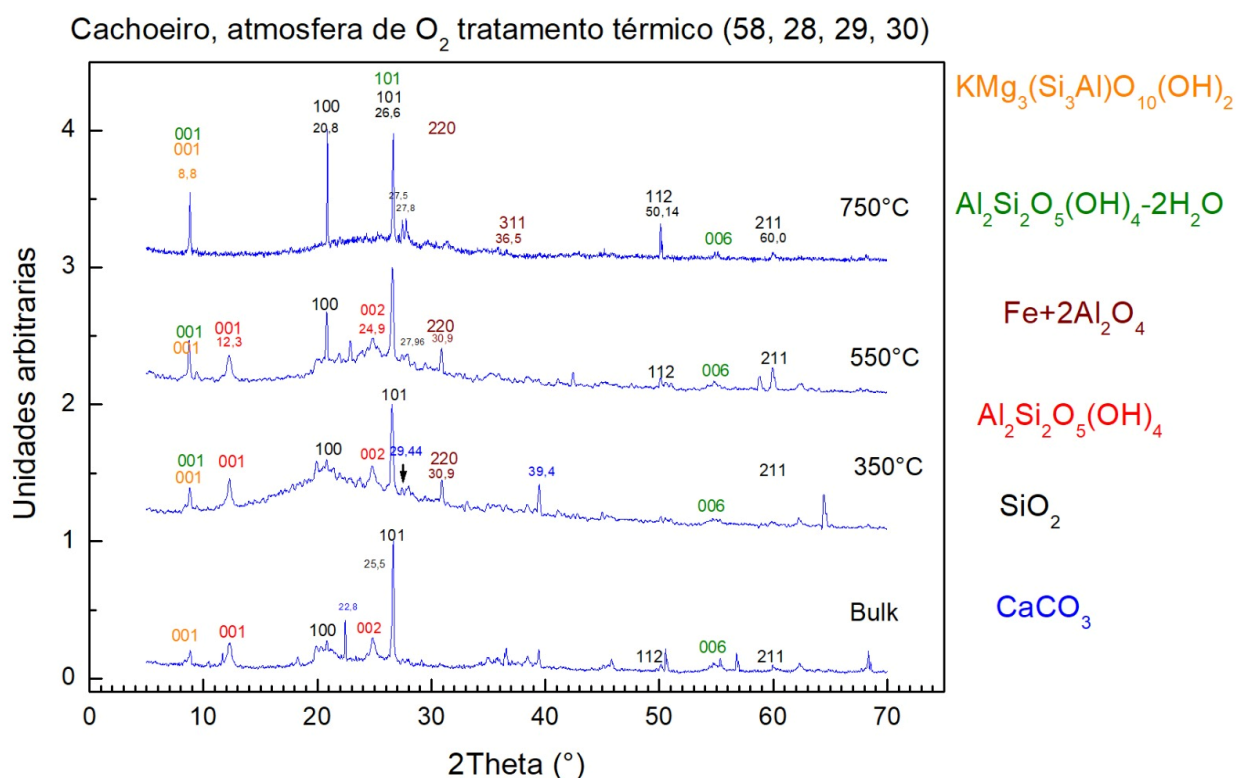
Outra observação importante foi na elevação da linha de base, na forma de um ombro em torno de 26° , indica a presença de carbono em uma fase inicial de carbonização, formando uma estrutura do tipo turbostrática, em que se formam pequenos microcristalites que se ligam de forma desordenada. Essas estruturas, em alguns casos podem se organizar com o aumento da temperatura de pirólise. Este

comportamento também foi observado para as amostras 30, 47 e 48 com intensidades variadas.

6.2.2 Efeito da atmosfera com relação a três localidades

A seguir serão mostrados três gráficos, um para cada localidade e temperaturas de tratamento diferentes, sendo que, em cada gráfico se tem uma amostra de referência e as outras duas em atmosferas diferentes. A Figura 14 mostra um gráfico com os espectros para uma amostra biochar proveniente de Cachoeiro de Itapemirim, que foi calcinado por 30 minutos a 350°C nas atmosferas de argônio e ambiente.

Figura 14 - Gráfico com os espectros de difração de raios X das amostras coletadas em Cachoeiro de Itapemirim, na temperatura de 750 °C e em duas atmosferas.



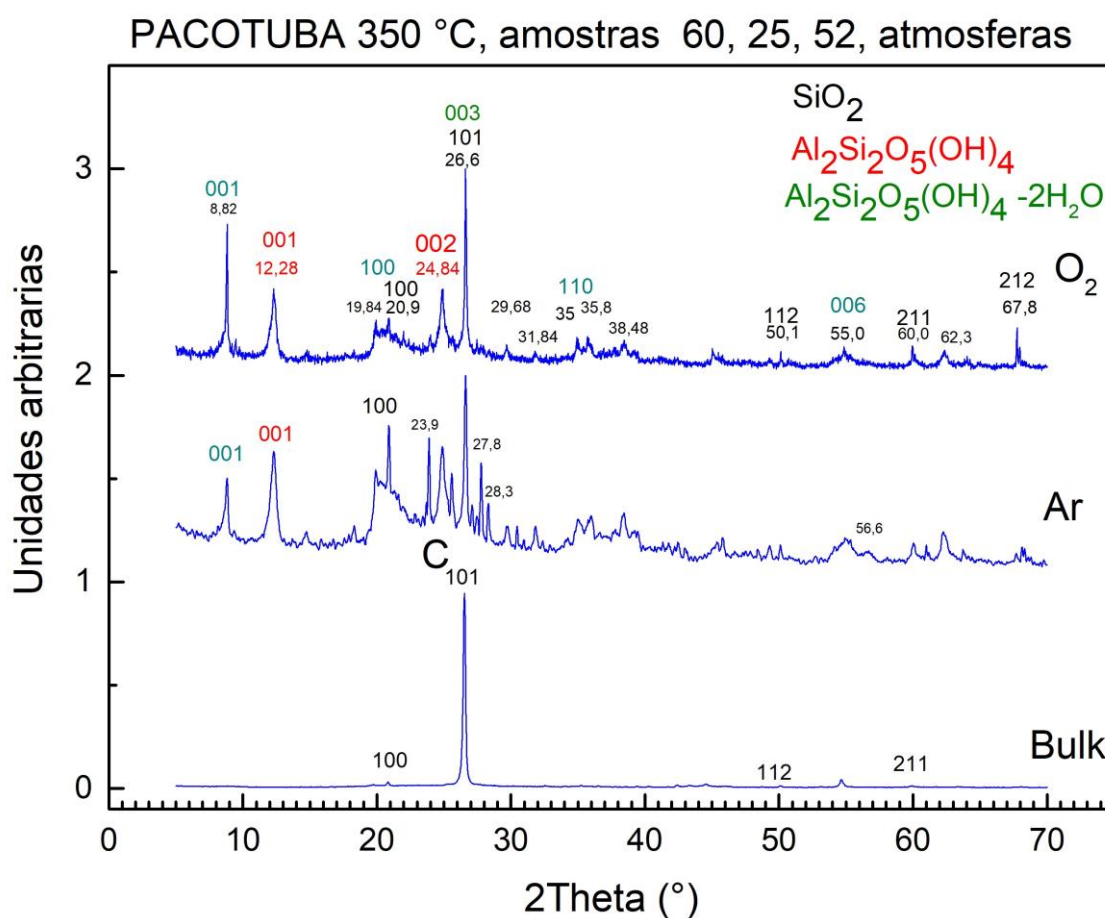
Fonte: A autora (2024).

Na amostra de referência foram encontrados diversos compostos, tais como: SiO_2 , $KMg_3(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$ e $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. Com os tratamentos

térmicos a 750 °C houve redução significativa dos compostos: $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ para ambas as atmosferas, e uma diminuição da concentração de SiO_2 da amostra sem tratamento por argônio.

A Figura 15 mostra um gráfico com os espectros para uma amostra colhida em espectros para biochar proveniente de Pacotuba, que foi calcinado por 30 minutos a 350 °C nas atmosferas de argônio e ar ambiente. Biochar proveniente de Pacotuba, prevalece a presença do SiO_2 , e após os tratamentos a 350 °C, houve a formação significativa de dois compostos cristalinos: $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, com a presença do SiO_2 .

Figura 15 - Gráfico com os espectros de difração de raios X para uma amostra de biochar proveniente de Pacotuba.

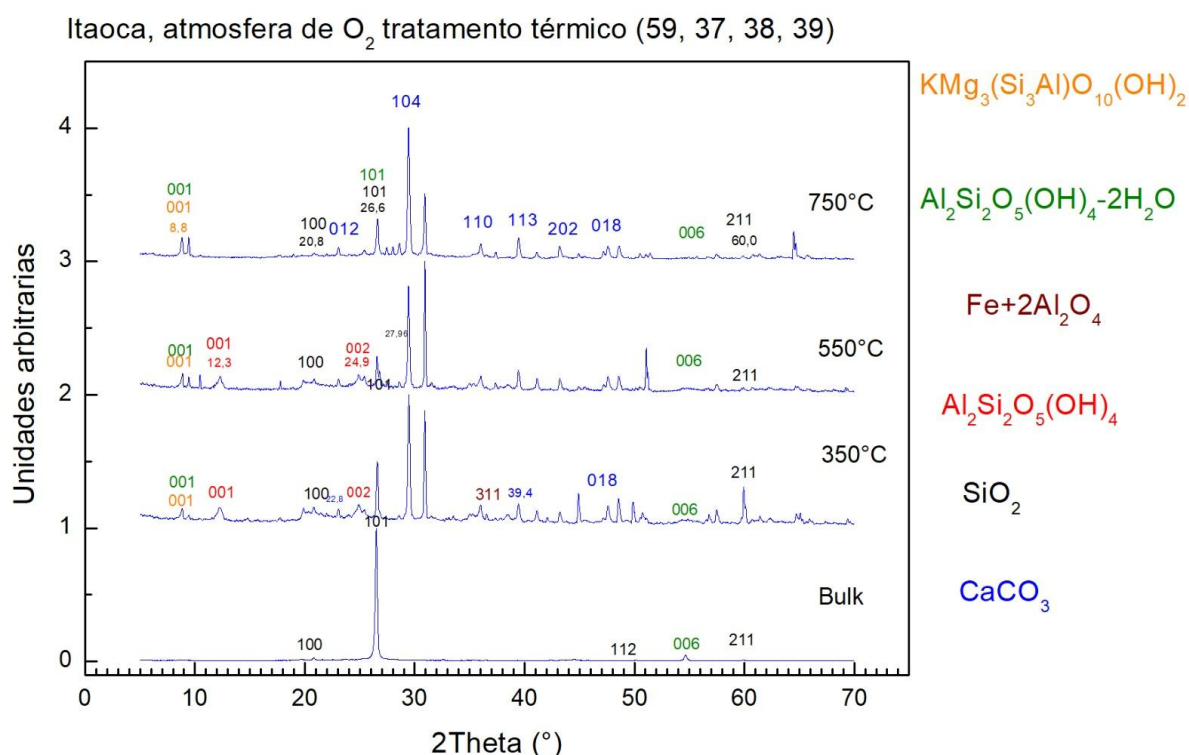


Fonte: A autora (2024).

A Figura 16 mostra um gráfico com os espectros para um biochar proveniente de Itaoca, que foi calcinado por 30 minutos a 550 °C nas atmosferas de argônio e ar ambiente. Na amostra de referência a única fase cristalina presente foi a do SiO_2 , e

com os tratamentos térmicos houve a formação de novas fases cristalinas, tais como: $\text{KMg}_3(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}+2\text{Al}_2\text{O}_4$, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, a predominância do CaCO_3 e uma diminuição significativa do SiO_2 . Outro fato interessante é que não houve formação significativa de material carbonizado.

Figura 16 - Gráfico com os espectros de difração de raios X para uma amostra de biochar proveniente de Itaoca,



Fonte: A autora (2024).

Em uma pesquisa conduzida por Gerasimova, Maslova e Shchukina (2021), foi feita uma análise da molécula $\text{KMg}_3(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, conhecida como flogopita em português. Segundo dados do museu virtual de minerais e moléculas, a flogopita apresenta propriedades semelhantes à biotita – $\text{K}(\text{Mg},\text{Fe})_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ –, um mineral de mica escura rico em ferro, com sistema cristalino monoclinico. Este mineral possui uma camada octaédrica totalmente ocupada por íons Mg^{2+} e Fe^{2+} , classificando-o como trioctaédrico. A carga da rede é gerada pela substituição de Al^{3+} por Si^{4+} em um quarto dos sítios tetraédricos, com o potássio posicionado entre 12 oxigênios e 2 grupos hidroxila (Koishi *et al.*, 2022).

A biotita tem importância em contextos geológicos, sendo encontrada em granitos, gabros, xistos e gnaisses mundialmente, conforme descrito pelo museu virtual de minerais e moléculas. Isso foi confirmado por Brigatti e Davoli em 1990, que refinaram a estrutura cristalina das biotitas plutônicas 1 M em amostras de uma rocha entre granítica e monzonítica no plúton Valle del Cervo, conforme publicado no periódico *American Mineralogist* (Lasheen; Rashwan; Azer, 2023).

Sobre o efeito da temperatura de pirólise na análise das amostras para a disponibilidade de Na⁺, os estudos de Sun *et al.* (2014) e Zou *et al.* (2023) mostraram que o Na inibe a agregação de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, resultando em cristais semelhantes ao grafite mais curtos nas partículas de fuligem, que aderem melhor na estrutura do biochar que se enquadra dentro da literatura com o trabalho em questão.

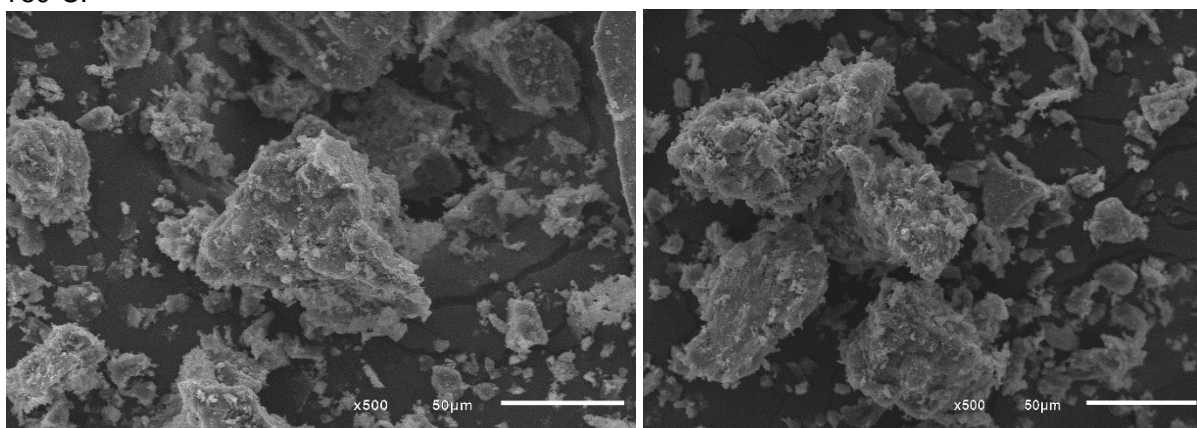
As análises de raios X confirmam a predominância desse mineral no lodo de esgoto das regiões de Cachoeiro de Itapemirim e Itaoca, conhecidas pela extração de mármore e granito no sul do Espírito Santo. Estas regiões apresentam características geológicas que foram detectadas na composição do lodo de esgoto.

6.2.3 Imagens de MEV

Os resultados das análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras tratadas mostram diferenças morfológicas significativas. As amostras dos biochars provenientes de Cachoeiro (Figura 17) e Pacotuba (Figura 18) exibem padrões semelhantes, com uma partícula central escura, identificada como carbono, circundada por óxidos metálicos de tonalidade mais clara. Esta diferença de tonalidade é atribuída à maior emissão de elétrons secundários por elementos de maior peso atômico.

Em contrapartida, as amostras de Itaoca (Figura 19) não apresentam a partícula central escura característica, mas sim uma distribuição de pequenas partículas dispersas. Esta diferença indica uma variação significativa na composição e estrutura das amostras de Itaoca em comparação com as de Cachoeiro e Pacotuba, possivelmente refletindo diferenças no conteúdo ou na distribuição dos elementos presentes.

Figura 17 - Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Cachoeiro e tratada a 750°C.



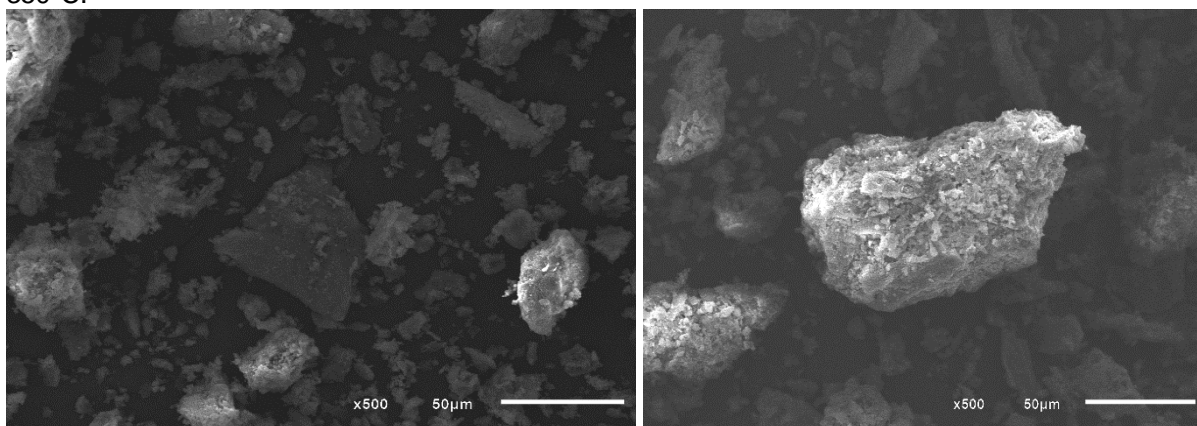
a

b

Representação ilustrativa: em atmosfera de O_2 (a) e amostra 3 em Ar (b). A partícula central mais escura indica ser de carbono e presos à superfície os óxidos metálicos com um tom mais claro, pois os elementos mais pesados apresentam uma maior emissão de elétrons secundários.

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Figura 18- Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Pacotuba e tratada a 350°C.



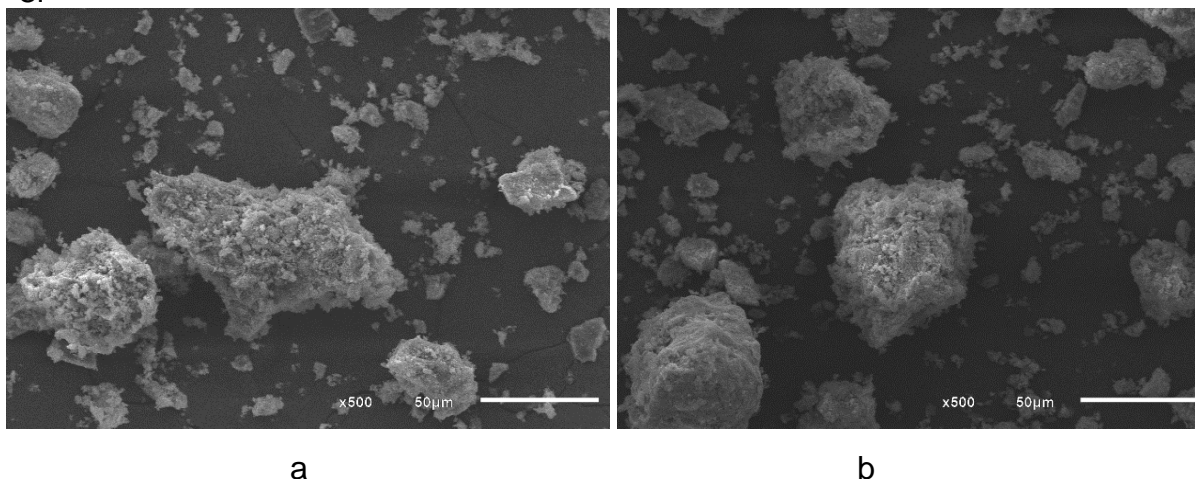
a

b

Representação ilustrativa: amostra em atmosfera de O_2 . (a) e a amostra 25 em Ar em (b) de Pacotuba. A partícula central mais escura indica ser de carbono e presos à superfície os óxidos metálicos com um tom mais claro, pois os elementos mais pesados apresentam uma maior emissão de elétrons secundários.

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Figura 19 - Imagem de MEV com ampliação de 500X, do biochar proveniente de Itaoca e tratada a 750 °C.



Representação ilustrativa: amostra em atmosfera de O₂ (a) e amostra 14 em Ar, em (b). Nesta imagem não aparece o corpo central com um tom mais escuro, característico de elementos de menor massa atômica, confirmando a ausência de carbono que também não foi detectado nas medidas de difração de raios X.

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

O estudo de Mezhevova e Beresteneva (2023) destaca a grande variedade de tamanhos de poros no material carbonoso estudado, revelando uma significativa heterogeneidade estrutural. Essa variação apoia a hipótese da presença de estruturas turbostráticas, conforme também evidenciado nos trabalhos de Yapuchura (2019) e corroborado pelos resultados atuais.

Complementarmente, Li e Lin (2020) examinaram as morfologias de biochar e fotocatalisadores feitos de biochar derivado de pina. Eles identificaram uma estrutura lamelar com partículas de grande tamanho, distinta dos materiais carbonosos típicos em sua forma carbonizada. O estudo também identificou partículas poliméricas, sugerindo mudanças estruturais decorrentes da dopagem com átomos de grande diâmetro. Análises de difração de raios X em biochar obtido por pirólise a 550 °C confirmaram uma morfologia característica em forma de quilha, com uma superfície altamente porosa, em condições experimentais semelhantes ao estudo atual.

Essas investigações sublinham a complexidade estrutural e as propriedades dos materiais carbonosos, como o biochar, e mostram o potencial das técnicas avançadas de caracterização para compreender suas características físico-químicas.

6.2.4 Medidas de EDS

No estudo, foi utilizada a espectroscopia de dispersão de energia (EDS) em conjunto com a microscopia eletrônica de varredura (MEV) para investigar a composição mineralógica das seis amostras de biochar. O EDS, aplicado simultaneamente à captura de imagens de MEV, concentrou-se na identificação de elementos como nitrogênio, fósforo e potássio, além de oxigênio, silício, alumínio e cálcio.

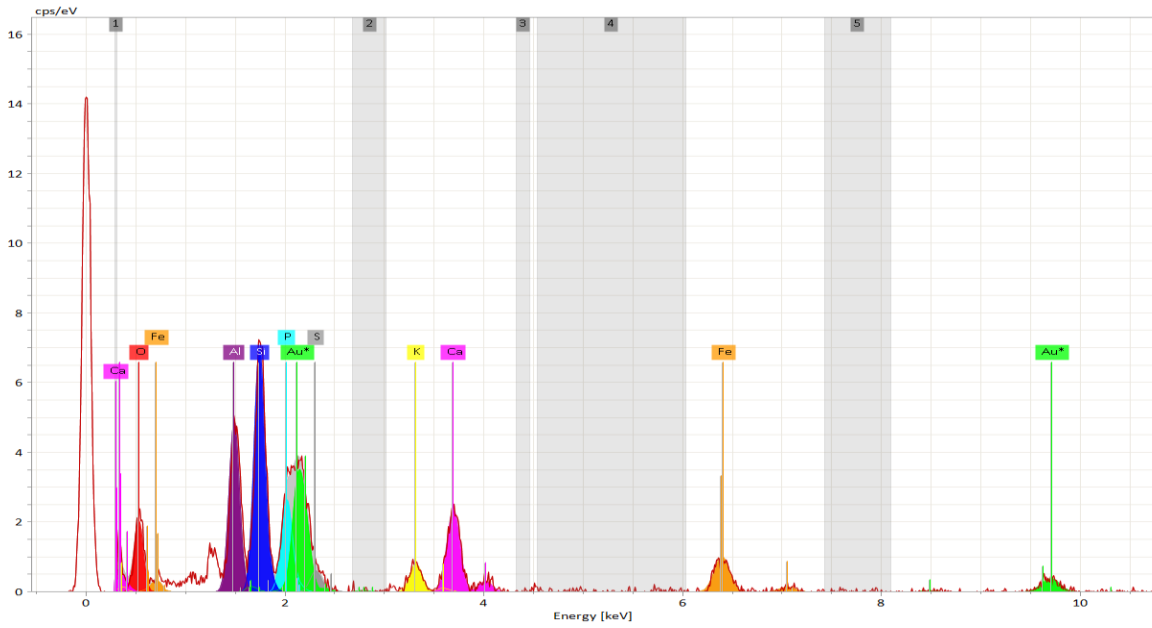
A detecção de ouro nas amostras é atribuída ao processo de metalização, que é uma etapa preparatória essencial para evitar o carregamento eletrostático em materiais não condutivos. E, os resultados obtidos estão tabelados, na seguinte tabela 2, 3 e 4 com seus respectivos espectros EDS mostrando a composição elementar de cada grupo de amostra, Figura (20), (21) e (22).

Tabela 2 - medidas de EDS, do biochar proveniente de Cachoeiro e tratado a 750 °C, em atmosfera de oxigênio

Elementos	Massa [%]	Massa Normalizada [%]	Atômico [%]
Oxigênio	54,48	52,65	74,70
Ouro	14,38	13,90	1,60
Silício	9,38	9,07	7,33
Alumínio	9,34	9,02	7,59
Cálcio	5,29	5,12	2,90
Ferro	4,38	4,23	1,72
Fósforo	3,85	3,72	2,73
Potássio	1,56	1,51	0,88
Enxofre	0,82	0,79	0,56
	103,49	100,00	100,00

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Figura 20 – Espectro de EDS mostrando a composição elementar da amostra de biochar proveniente de Cachoeiro e tratado a 750 °C, em atmosfera de oxigênio.



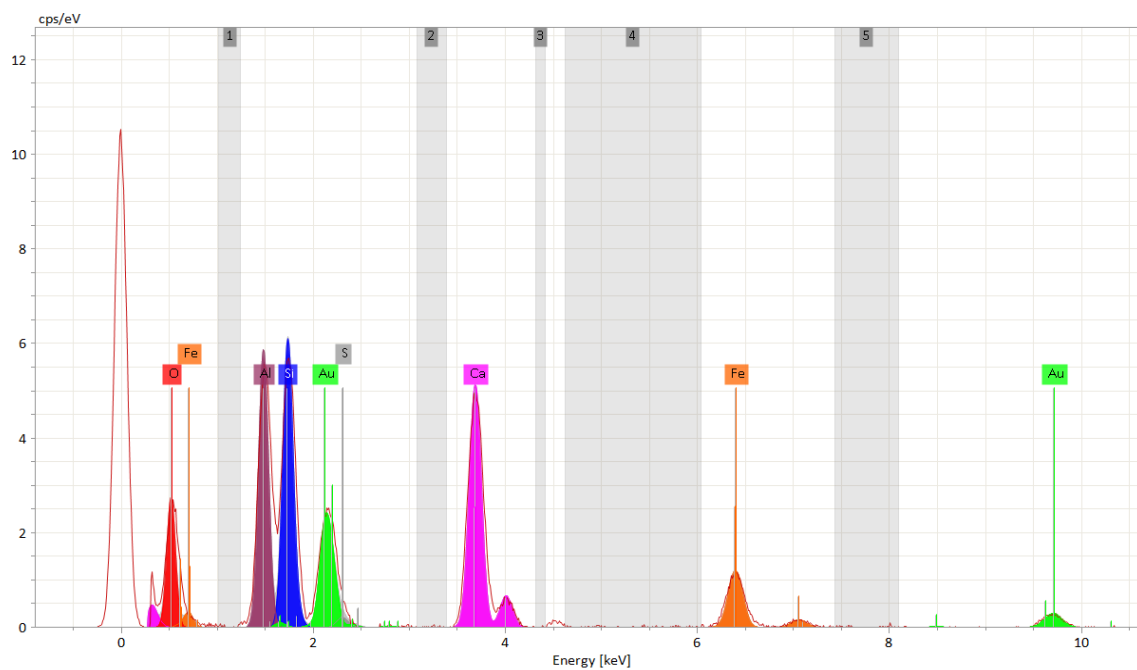
Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Tabela 3 -medidas de EDS, da amostra de biochar proveniente de Pacotuba e tratado a 350 °C, em atmosfera de oxigênio.

Elementos	Massa [%]	Massa Normalizada [%]	Atômico [%]
Oxigênio	13,83	37,79	56,79
Cálcio	7,70	20,88	12,54
Alumínio	5,15	13,96	12,54
Silício	5,08	13,77	11,88
Ferro	4,99	13,51	5,87
Enxofre	0,15	0,40	0,30
	36,90	100,00	100,00

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Figura 21 – Espectro de EDS mostrando a composição elementar da amostra de biochar proveniente de Pacotuba e tratado a 350 °C.



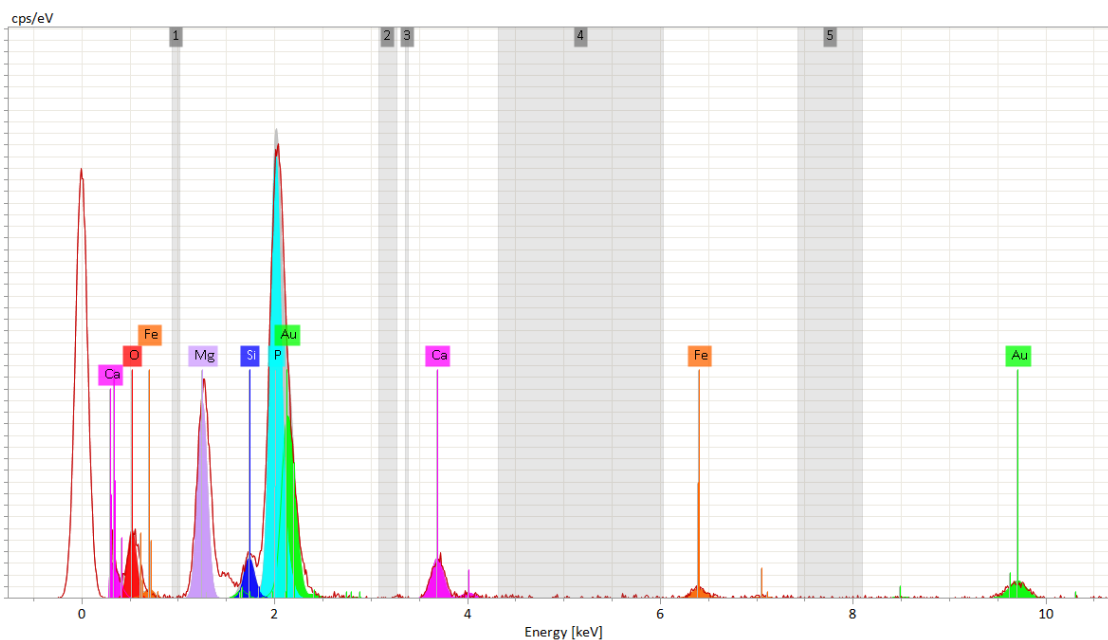
Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Tabela 4 - Medidas de EDS para a amostra de biochar proveniente de Itaoca e tratado a 550 °C

Elementos	Massa [%]	Massa Normalizada [%]	Atômico [%]
Oxigênio	15,50	24,59	0,82
Cálcio	15,44	24,48	0,29
Ouro	12,38	19,63	0,37
Ferro	7,24	11,48	6,50
Alumínio	5,89	9,34	10,95
Silício	5,50	8,72	9,82
Enxofre	0,70	1,12	1,10
Potássio	0,40	0,63	0,51
	55,61	100,00	100,00

Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

Figura 22 - Espectro EDS mostrando a composição elementar da amostra do biochar proveniente de Itaoca e tratado a 750 °C.



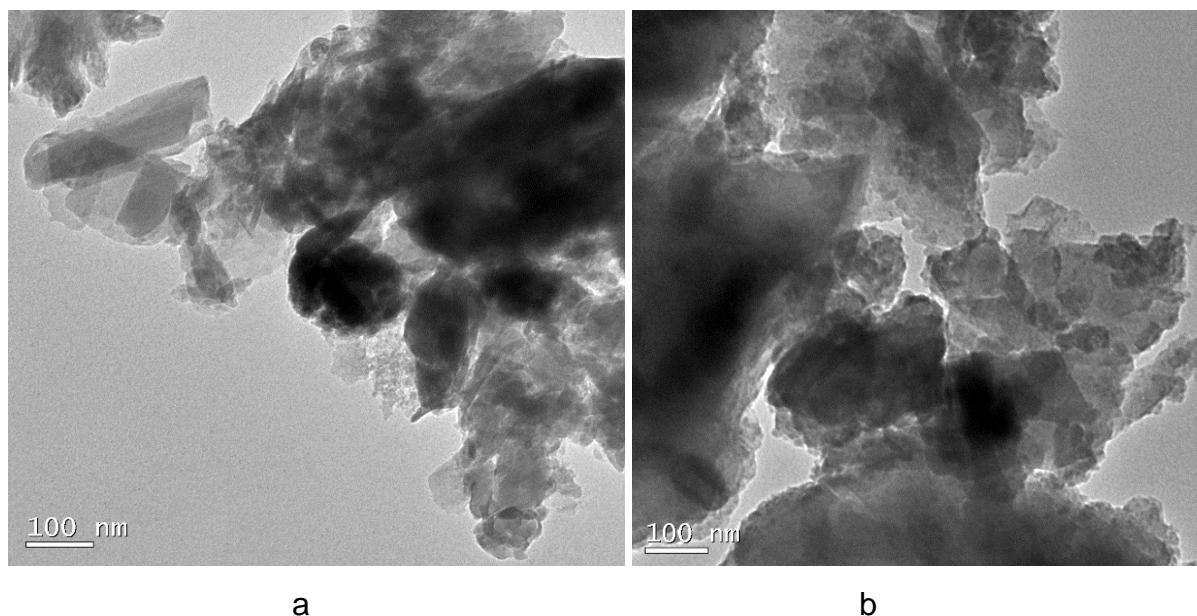
Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

6.2.5 Medidas de MET

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) é fundamental para explorar estruturas em nanoescala, beneficiando-se de uma ampliação e resolução extremamente altas. Esta técnica exige que as amostras sejam suficientemente finas para permitir a passagem de elétrons, o que possibilita a formação de imagens detalhadas da estrutura interna dos materiais (Luo *et al.*, 2017); (Alcorn; Jain; Van Der Veen, 2023).

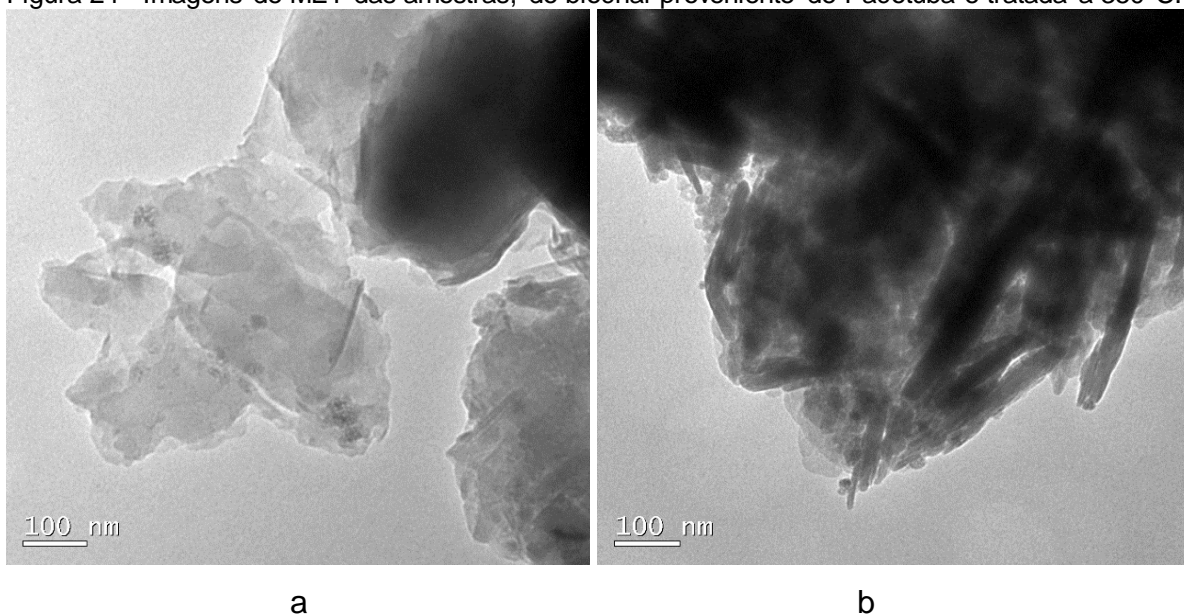
É típico encontrar essas características específicas na periferia das partículas nas imagens de MET, uma vez que as bordas mais finas da amostra são mais acessíveis para análise. Assim, nas Figuras 22, 23 e 24, espera-se que a diferenciação entre o biochar e os óxidos agregados seja evidente, destacando a complexidade e a heterogeneidade da composição das amostras.

Figura 23 - Imagens de MET das amostras, do biochar proveniente de, Cachoeiro de Itapemirim, tratadas na temperatura de 750°C, em atmosfera de argônio (a) e oxigênio (b).



Fonte: Luccar/Ufes(2024).

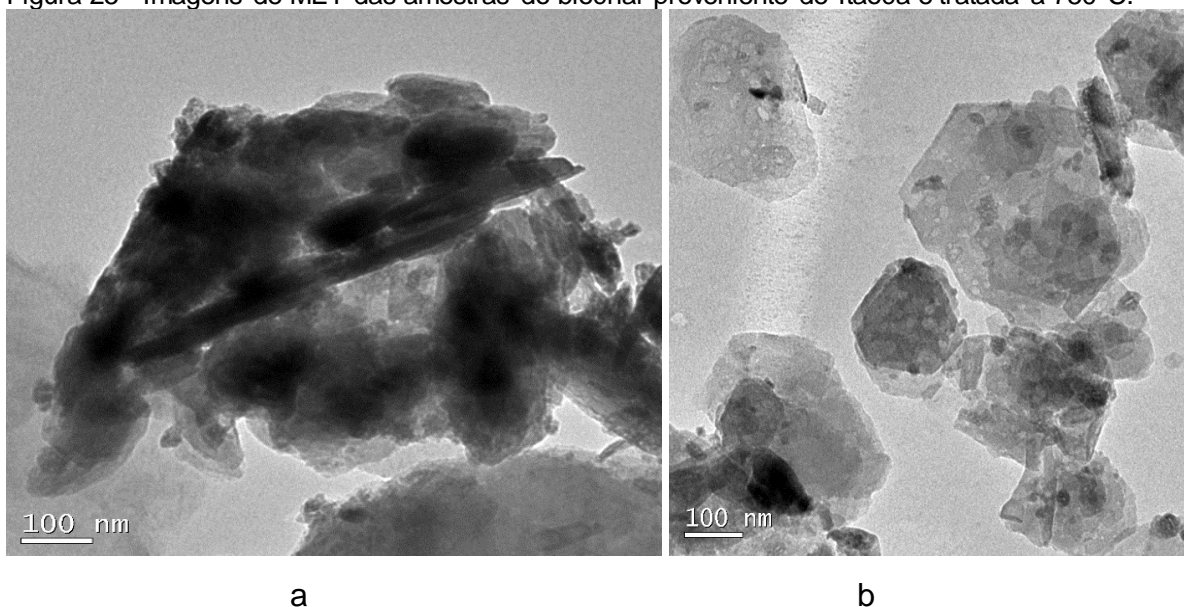
Figura 24 - Imagens de MET das amostras, do biochar proveniente de Pacotuba e tratada a 350°C.



Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

A representação ilustrativa: é da amostra de Cachoeiro a 750°C, (a) em atmosfera de argônio referente à amostra 52 e (b) oxigênio referente à amostra 25.

Figura 25 - Imagens de MET das amostras do biochar proveniente de Itaoca e tratada a 750°C.



Fonte: Luccar/ Ufes(2024).

A representação ilustrativa: é da amostra de Cachoeiro a 750°C, (a) em atmosfera de argônio referente à amostra 52 e (b) oxigênio referente à amostra 25.

Nas imagens de MET com ampliação de 100.000X das amostras analisadas, observa-se uma distinção clara entre regiões escuras e claras. As áreas escuras correspondem ao biochar, caracterizado por uma densidade mais alta que facilita a

absorção de elétrons. Por outro lado, as áreas claras são identificadas como óxidos metálicos, que apresentam menor densidade e, conseqüentemente, menor absorção de elétrons. Esses óxidos são visíveis como estruturas com faces retas e ângulos definidos, frequentemente formados ao redor das partículas de biochar. Para uma análise mais aprofundada, seria útil saber se há um interesse particular em algum dos elementos detectados ou em uma aplicação específica dos resultados.

Com base na literatura, a análise morfológica das partículas de biochar de lodo de esgoto por microscopia eletrônica de transmissão convencional revelou uma estrutura interna singular, com fatias em forma de folha e apresentando poros uniformes e em forma de fenda, conforme documentado por Kim *et al.* (2014). Essas observações são essenciais para interpretar os dados coletados e corroboram com os resultados deste estudo.

Kim *et al.* (2014) destacaram a presença de nanocristais de ZnS medindo entre 2,5 e 7,5 nm, com os espaçamentos de rede observados que coincidiam com os da esfalerita, conforme o estudo. Visto que o elemento, zinco, não foi alvo específico de análise neste estudo, porém as análises qualitativas da estrutura não foram visualizadas na difração de raios X nem detectadas na análise EDS.

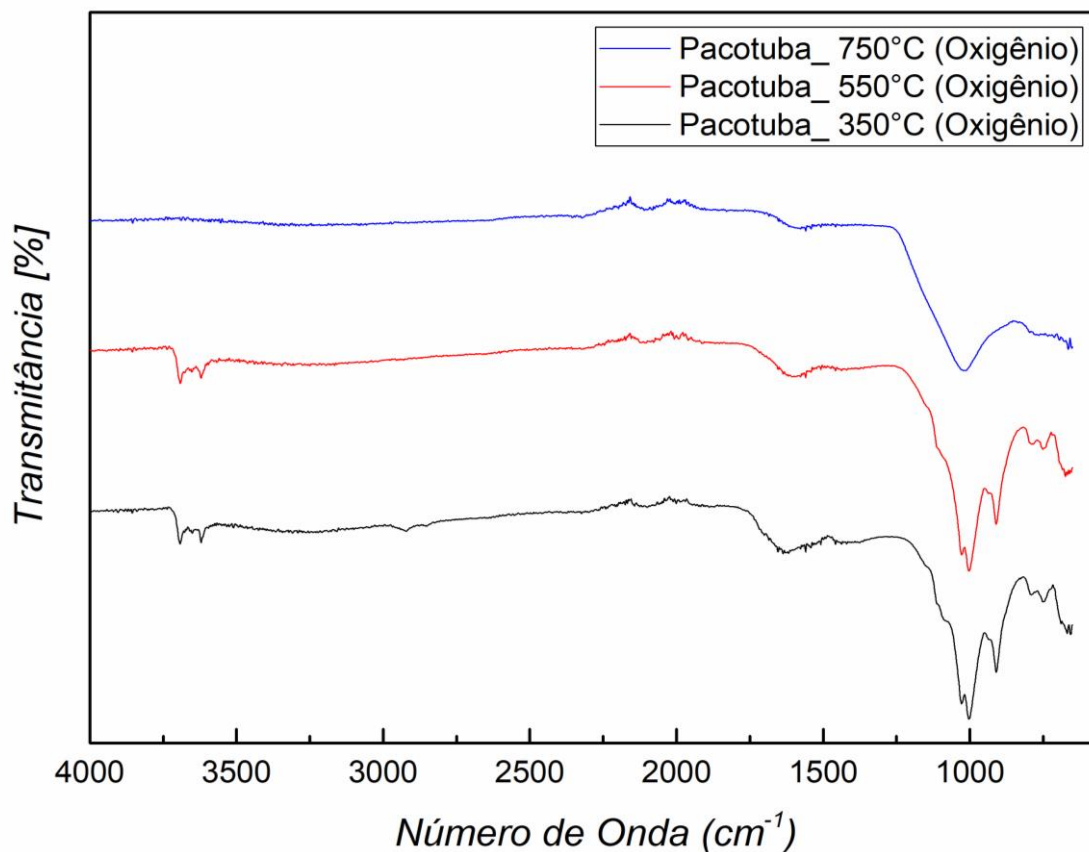
Com base nessas observações, é possível concluir que as concentrações de zinco nesses biochars podem estar significativamente abaixo do esperado ou não se enquadram no perfil típico da região. Isso reforça a hipótese de que a localização e as condições ambientais são fatores determinantes na análise de relevância desses compostos no biochars de lodo de esgoto.

6.2.6 Análise elementar do FT -IR

A técnica de FT-IR (Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier) é amplamente utilizada para identificar grupos funcionais em diferentes tipos de materiais, como destacado nos estudos de Kowalski et al. (2018) e Mazurek et al. (2023). Por meio dessa técnica, é possível detectar diferenças sutis na composição química das amostras. Por exemplo, na análise de lodo de águas residuais identificou um comportamento maior na presença de lipídios Kowalski *et al.* (2018).

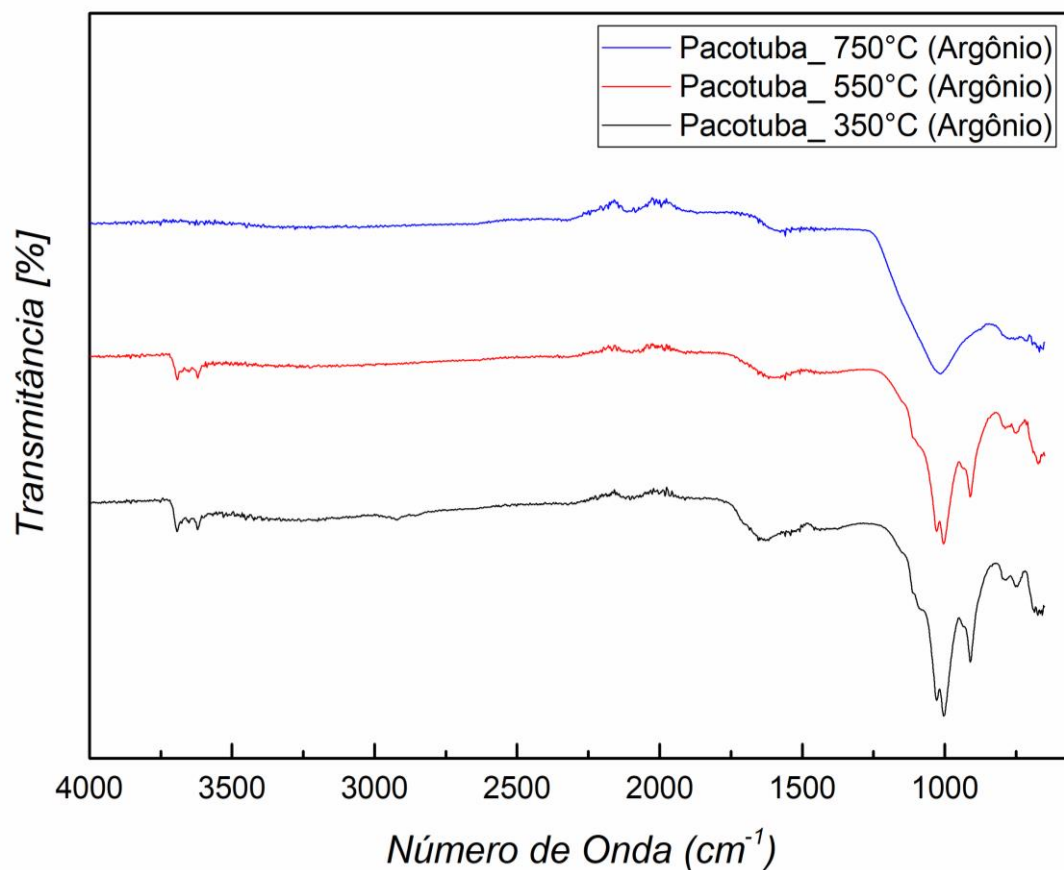
Considerando a estrutura química do ácido húmico, principal constituinte esperado nas amostras analisadas, temos as amostras de biochar provenientes de Pacotuba a 350 °C e 550 °C na presença de oxigênio (Figura 25) e argônio (Figura 26).

Figura 26 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Pacotuba em atmosfera de oxigênio.



LabPetro/Ufes (2024).

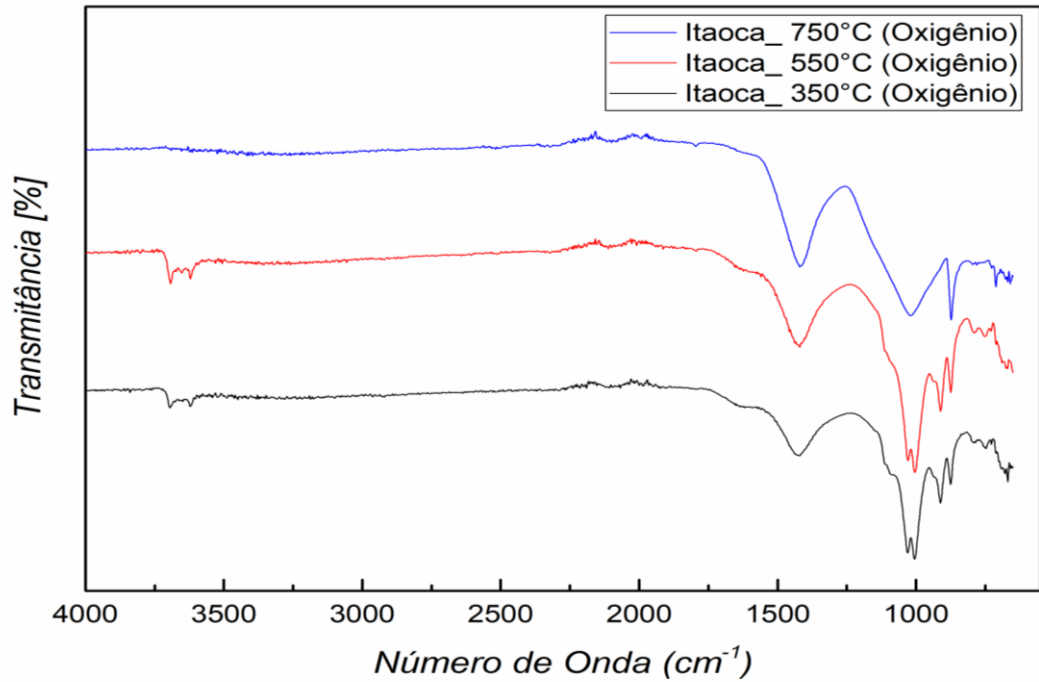
Figura 27 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Pacotuba em atmosfera de argônio.



LabPetro/Ufes (2024).

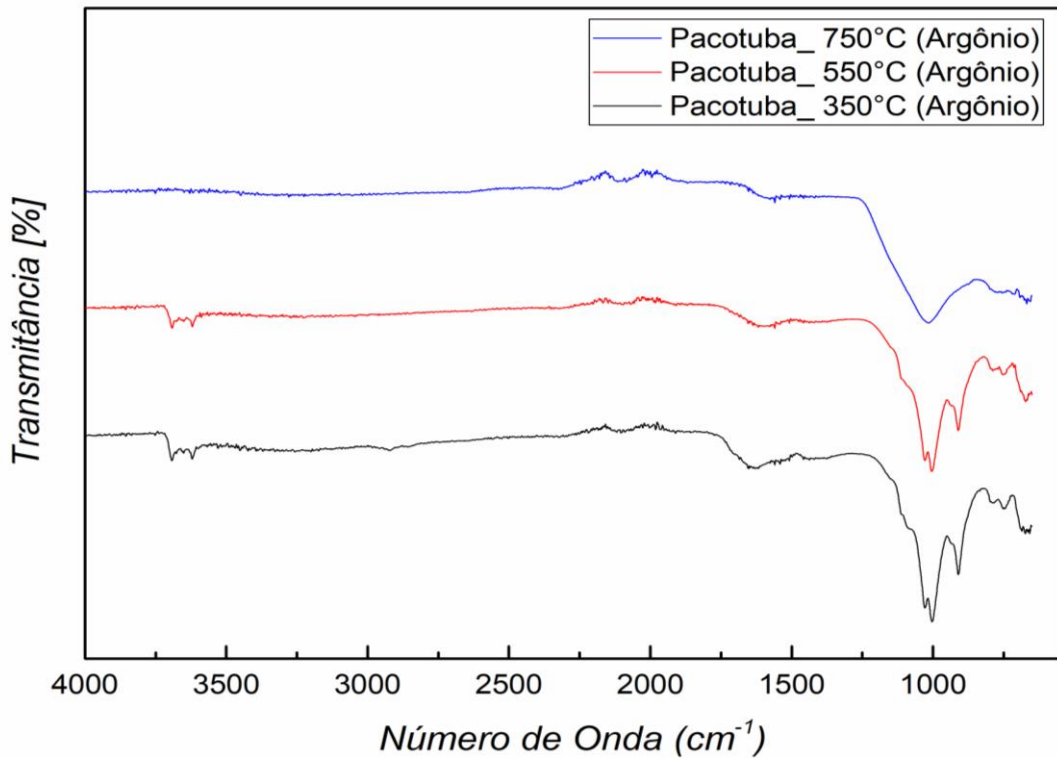
Para Itaoca a 350 °C e 550 °C na presença de oxigênio (Figura 27) e argônio (Figura 28) mostram a presença de grupos hidroxilados devido à banda larga na região entre 3600-3200 cm^{-1} .

Figura 28- Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Itaoca em atmosfera de oxigênio.



LabPetro/Ufes (2024).

Figura 29 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Itaoca em atmosfera de argônio.



LabPetro/Ufes (2024).

Além disso, temos a presença de uma banda larga na região $3030\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$ correspondente a estiramentos de C-H de alifáticos e aromáticos nas amostras de Cachoeiro a $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ na presença de argônio (Figura 29) e oxigênio (Figura 30), porém sem a presença de sinais referentes a grupos hidroxilados, indicando que a matéria orgânica existente não contém ácido húmico.

Figura 30 - Espectro FTIR de amostras tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Cachoeiro em atmosfera de argônio.

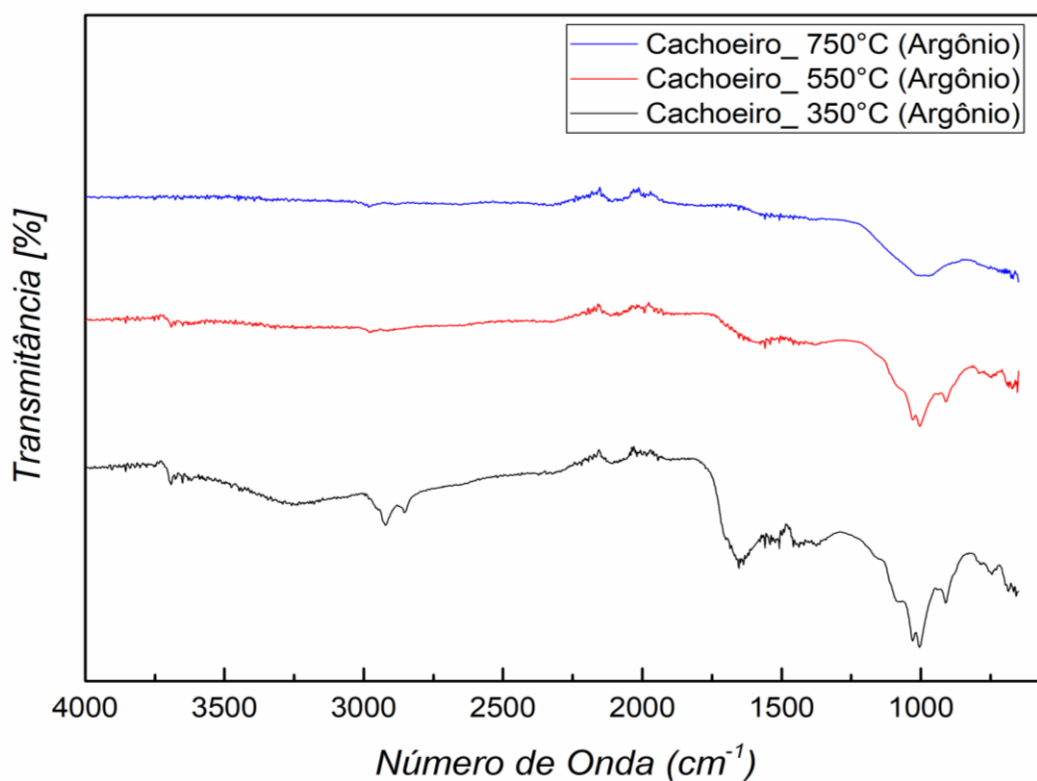
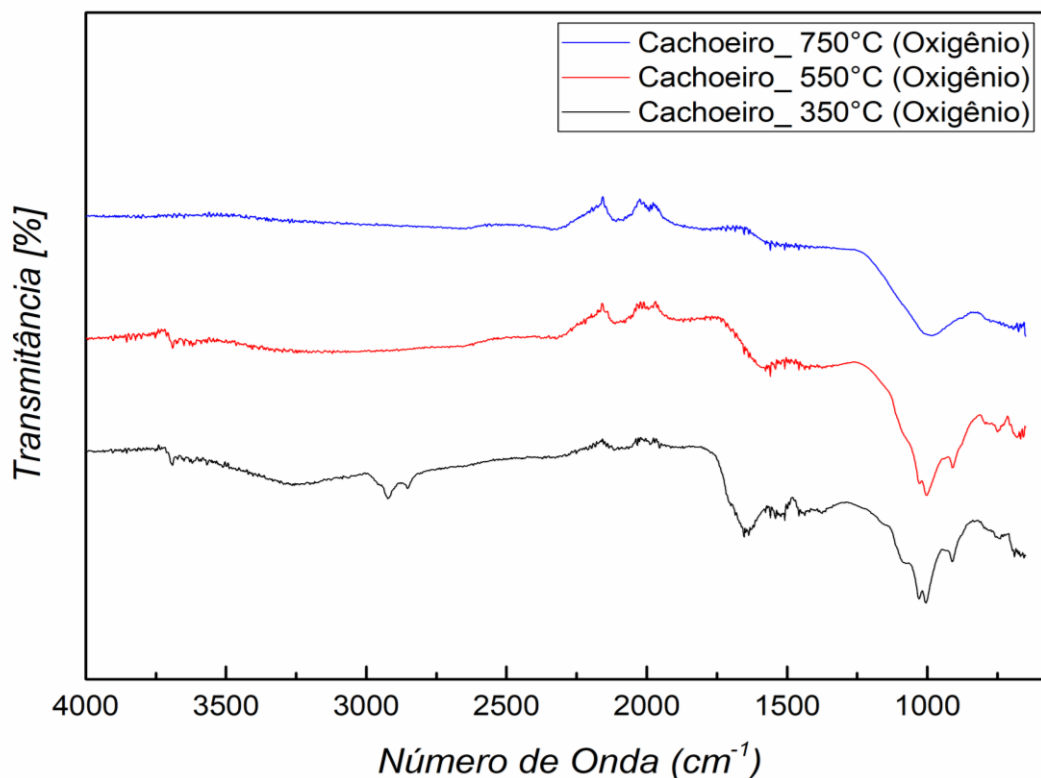


Figura 31 - Espectro FTIR de amostra tratado a diferentes temperaturas de biochars de lodo de esgoto provenientes de Cachoeiro em atmosfera de oxigênio.



LabPetro/Ufes (2024).

Neste estudo, a FT-IR foi aplicada para analisar amostras de biochar em diferentes temperaturas e ambientes, fornecendo informações sobre a presença ou ausência de determinados grupos funcionais. As amostras de Cachoeiro, tratadas a 350 °C em ambientes com oxigênio e argônio, apresentaram uma banda larga na região de 3030-2850 cm^{-1} , indicando estiramentos de C-H, típicos de compostos alifáticos e aromáticos. A ausência de sinais de grupos hidroxilados sugere a ausência de ácidos húmicos na matéria orgânica.

Por outro lado, as amostras de Itaoca tratadas a 350 °C e 550 °C apresentaram uma banda larga entre 3600-3200 cm^{-1} , indicando a presença de grupos hidroxilados e, portanto, sugerindo uma possível tendência ao ácido húmico. As amostras de Pacotuba, tratadas a 350 °C e 550 °C, também indicaram a presença de grupos hidroxilados e C-H de alifáticos e aromáticos, provavelmente devido à presença esperada de ácido húmico.

Os estudos de Kowalski *et al.* (2018) e Mazurek *et al.* (2023) fornecem uma base comparativa valiosa para a análise das amostras, demonstrando a aplicabilidade da FT-IR na caracterização de materiais ambientais. Assim como nos estudos citados,

onde a técnica identificou componentes específicos, este trabalho também destaca a sensibilidade da FT-IR na identificação de uma possível identidade nas regiões de 15000 a 1000 cm^{-1} , no qual se encontra a maiores intensidades dos grupos funcionais de interações químicas e transformações nos biochars analisados.

7. CONCLUSÃO

As amostras de biochar foram caracterizadas por cinco métodos: Espectrometria de Absorção Atômica (AAS), Difração de raios X, Microscopia Eletrônica de Varredura com EDS, Microscopia Eletrônica de Transmissão e Análise Elementar por EDS.

Para as medidas obtidas por AAS foram encontrados os seguintes resultados: a maior disponibilidade de potássio encontrada foi para a temperatura de 550°C, sob atmosfera de argônio em biochar provenientes de Cachoeiro de Itapemirim, com o valor de 15 g/kg. Para o sódio, o maior valor encontrado foi para a temperatura de 750 °C, sob atmosfera de oxigênio em biochar provenientes de Cachoeiro de Itapemirim, com o valor de 4,5 g/kg. A maior disponibilidade para o cálcio foi para a temperatura de 750 °C, sob atmosfera de oxigênio em biochar provenientes de Cachoeiro de Itapemirim, com o valor de 2,0 g/kg. A maior disponibilidade para o magnésio foi para a temperatura de 750 °C, sob atmosfera de oxigênio em biochar provenientes de Cachoeiro de Itapemirim, com o valor de 0,48 g/kg. A maior disponibilidade de manganês aconteceu em duas localidades. Para biochar provenientes de Pacotuba, foi para a temperatura de 750 °C, sob atmosfera de oxigênio com o valor de 32 g/kg, e para biochar provenientes de Itaoca foi para a temperatura de 550 °C, sob atmosfera de oxigênio, com o valor de 20 g/kg.

O estudo de difração de raios X revelou uma composição mineral rica no biochar, com predominância de SiO₂ no material *in natura*, e a formação de fases cristalinas após tratamentos térmicos, com minerais como KMg₃(Si₃Al)O₁₀(OH)₂, Al₂Si₂O₅(OH)₄·2H₂O, Fe+2Al₂O₄ e Al₂Si₂O₅(OH)₄. Um detalhe interessante foi a detecção de um ombro ao redor do ângulo de 26° nos espectros de biochar provenientes de Cachoeiro e Pacotuba, sinalizando a presença de carbono em estágio inicial de carbonização e a formação de estruturas turbostráticas. Estas consistem em pequenos microcristalites desorganizados, resultado da transformação térmica, dos materiais orgânicos do lodo de esgoto. Para as amostras biochar provenientes de Itaoca, após tratamento térmico, houve a predominância da formação do CaCO₃, devido à grande concentração da disponibilidade pseudo-total nas amostras, que foram detectadas pela AAS.

As análises de imagem de MEV, para amostras biochar provenientes de Cachoeiro e Pacotuba, apresentaram padrões semelhantes, apresentando partículas

com um corpo central coberto de pequenos grãos menores na sua superfície, indicando que o corpo central deve ser uma formação de carbono em estágio inicial de carbonização, comportamento visto pela difração de raios X. A amostra biochar provenientes de Itaoca só apresentou aglomerados de pequenas partículas.

As medidas de EDS mostraram que a maior concentração de cálcio foi para as amostras biochar provenientes de Itaoca, que está de acordo com as medidas de difração de raios X e AAS.

Além disso, a análise de FT-IR revelou que as amostras de biochar provenientes de Itaoca tratadas a 350 °C e 550 °C apresentaram uma banda larga entre 3600-3200 cm^{-1} , indicando a presença de grupos hidroxilados e, portanto, sugerindo uma possível tendência ao ácido húmico. As amostras biochar provenientes de Pacotuba, tratadas a 350 °C e 550 °C, também indicaram a presença de grupos hidroxilados e C-H de alifáticos e aromáticos, provavelmente devido à presença esperada de ácido húmico.

REFERÊNCIAS

- ABEDIN, J.; UNC, A. Addition of biochar to acidic boreal podzolic soils enhances micronutrient availability and crop productivity. **Open Agriculture**, v. 5, n. 1, p. 188–201, 2020. <https://doi.org/10.1515/opag-2020-0021>
- ABREU, A. H. M.; ALONSO, J. M.; MELO, L. A.; LELES, P. S. S.; SANTOS, G. R. Caracterização de biossólido e potencial de uso na produção de mudas de *Schinus terebinthifolia* Raddi. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 24, n. 3, p. 591–599, 2019. <https://doi.org/10.1590/S1413-41522019108265>
- AGHOFACK-NGUEMEZI, J.; NOUMBO, G.; NKUMBE, C. Influence of calcium and magnesium based fertilizers on fungal diseases, plant growth parameters and fruit quality of three varieties of tomato (*Solanum lycopersicum*). **Journal of Science and Technology (Ghana)**, v. 34, n. 1, p. 9, 19 nov. 2014.
- ALKHARABSHEH, H. M.; SELEIMAN, M. F.; BATTAGLIA, M. L.; SHAMI, A.; JALAL, R. S.; ALHAMMAD, B. A.; ALMUTAIRI, K. F.; AL-SAIF, A. M. Biochar and Its broad impacts in soil quality and fertility, nutrient leaching and crop productivity: a review. **Agronomy** v. 11, n. 5, p. 993, 2021. <https://doi.org/10.3390/agronomy11050993>
- ALREBDI, T. A.; FAYYAZ, A.; ASGHAR, H.; ELAISSI, S.; MAATI, L. A. E. Laser spectroscopic characterization for the rapid detection of nutrients along with CN molecular emission band in plant-biochar. **Molecules**, v. 27, n. 15, p. 5048, 2022. <https://doi.org/10.3390/molecules27155048>
- ANDREOLI, C. V.; VON SPERLING, M.; FERNANDES, F. **Sludge treatment and disposal**. London: IWA Publishing, 2007.
- AWASTHI, M. K.; WANG, M.; PANDEY, A.; CHEN, H.; AWASTHI, S. K.; WANG, Q.; REN, X.; LAHORI, A. H.; LI, D. S.; LI, R.; ZHANG, Z. Heterogeneity of zeolite combined with biochar properties as a function of sewage sludge composting and production of nutrient-rich compost. **Waste Management**, v. 68, p. 760–773, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.06.008>
- BALMUK, G.; VIDEGAIN, M.; MANYA, J. J.; DUMAN, G.; YANIK, J. Effects of pyrolysis temperature and pressure on agronomic properties of biochar. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 169, p. 105858, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2023.105858>
- BANU, M. R. F.; RANI, B.; KAVYA, S. R.; JABIN, P. P. N. Biochar: A black carbon for sustainable agriculture. **International Journal of Environment and Climate Change**, v. 13, n. 6, p. 418-432, 2023. <https://doi.org/10.9734/ijecc/2023/v13i61840>
- BAR-YOSEF, B.; BEN ASHER, J. Simulating the effect of potassium fertilization on carbon sequestration in soil. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 176, n. 3, p. 375–386, 2013. <https://doi.org/10.1002/jpln.201200386>

BIEDERMAN, L. A.; HARPOLE, W. S. Biochar and its effects on plant productivity and nutrient cycling: a meta-analysis. **Global Change Biology Bioenergy**, v. 5, n. 2, p. 202–214, 2013. <https://doi.org/10.1111/gcbb.12037>

BILIAS, F.; KALDERIS, D.; RICHARDSON, C.; BARBAYIANNIS, N.; GASPARATOS, D. Biochar application as a soil potassium management strategy: A review. **Science of The Total Environment**, v. 858, n. 1, p. 159782, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.159782>

BITTENCOURT, S.; AISSE, M. M.; SERRAT, B. M. Gestão do uso agrícola do lodo de esgoto: estudo de caso do estado do Paraná, Brasil. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 22, n. 6, p. 1129–1139, 2017. <https://doi.org/10.1590/S1413-41522017156260>

BOECHAT, C. L.; ARAUCO, A. M. S.; RIBEIRO, M. O.; BRITO, A. C. C.; SOUZA, A. A.; SANTOS, J. A. G. Soil chemical attributes and initial growth of corn crop by adding domestic and industrial sewage sludge. **Bioscience Journal**, v. 33, n. 4, p. 886–896, 2017. <https://doi.org/10.14393/BJ-v33n4a2017-36746>

BUNACIU, A. A.; UDRIȘTIOIU, E. G.; ABOUL-ENEIN, H. Y. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 45, n. 4, p. 289–299, 2 out. 2015.

CAPODAGLIO, A.; OLSSON, G. Energy issues in sustainable urban wastewater management: Use, demand reduction and recovery in the urban water cycle. **Sustainability**, v. 12, n. 1, p. 266, 2020. <https://doi.org/10.3390/su12010266>

ČEPIC, Z.; MIHAJLOVIC, V.; ĐURIC, S.; MILOTIC, M.; STOSIC, M.; STEPANOV, B.; ILIC MICUNOVIC, M. Experimental analysis of temperature influence on waste tire pyrolysis. **Energies**, v. 14, p. 5403, 2021. <https://doi.org/10.3390/en14175403>

CORNELISSEN, G.; JUBAEDAH ; NURIDA, N. L.; HALE, S. E.; MARTINSEN, V.; SILVANI, L.; MULDER, J. Fading positive effect of biochar on crop yield and soil acidity during five growth seasons in an Indonesian Ultisol. **Science of the Total Environment**, v. 634, p. 561–568, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.03.380>

CUI, Y.; HE, S.; YEFEI, C.; YONGBAO, C.; YONGZHEN, P. Mechanism of Activated sludge floc disintegration induced by excess addition of NaCl. **CLEAN – Soil, Air, Water**, v. 43, n. 8, p. 1197–1206, 2015. <https://doi.org/10.1002/clen.201400219>

CUNSOLO, S. et al. Optimising sample preparation for FTIR-based microplastic analysis in wastewater and sludge samples: multiple digestions. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 413, n. 14, p. 3789–3799, jun. 2021.

DAS, S. K.; GHOSH, G. K.; AVASTHE, R. K.; SINHA, K. Compositional heterogeneity of different biochar: Effect of pyrolysis temperature and feedstocks. **Journal of Environmental Management**, v. 278, p. 111501, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111501>

DAVIS, T. W. Assessing the effects and environmental implications of biochar amendment in agricultural soils. **Indian Journal of Pure & Applied Biosciences**, v. 11, n. 2, p. 13–22, 2023. <https://doi.org/10.18782/2582-2845.8989>

DENG, W.; HU, M.; XU, S.; HU, M.; CHEN, G.; JI, H.; ZHOU, P.; SU, Y. Pyrolysis of sludge briquettes for the preparation of cylindrical-shaped biochar and comparison between CO₂ and steam activation. **Fuel**, v. 338, p. 127317, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2022.127317>

EFTHYMIU, A.; NUNES, I.; JENSEN, B.; JAKOBSEN, I. Response of bacterial communities to the application of sewage sludge biochar and *Penicillium aculeatum* in rhizosphere and bulk soil of wheat. **Applied Soil Ecology**, v. 190, p. 104986, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2023.104986>

EMBRAPA. **Extrações com Mehlich-1, Mehlich-3 e DTPA em Argissolo Fertilizado com Zinco, Manganês e Cobre**. 1. ed. Av. Beira Mar, 3250 49025-040 Aracaju, SE: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária Embrapa Tabuleiros Costeiros Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2016.

GERASIMOVA, L. G.; MASLOVA, M. V.; SHCHUKINA, E. S. Mineral Layer Fillers for the Production of Functional Materials. **Materials**, v. 14, n. 12, p. 3369, 18 jun. 2021.

GOMES, M. O.; CRUZ, A. F.; DE FIGUEIREDO, C. C. Nutritional evaluation by the DRIS method of corn plants fertilized with sewage sludge biochar. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 53, n. 17, p. 2187–2195, 2022. <https://doi.org/10.1080/00103624.2022.2070636>

GU, B.; CAO, J.; SHAN, Y.; WEI, F.; ZHAO, M.; ZHAO, Y. P.; ZHAO, X. Y.; WEI, X. Y. Catalytic fast pyrolysis of sewage sludge over HZSM-5: A study of light aromatics, coke, and nitrogen migration under different atmospheres. **Engineering Chemistry Research**, n. 39, p. 17537-17545, 2020. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c01170>

GUHL, A. C. et al. An Improved Evaluation Strategy for Ash Analysis Using Scanning Electron Microscope Automated Mineralogy. **Minerals**, v. 10, n. 5, p. 484, 25 maio 2020.

HÄNSCH, R.; MENDEL, R. R. Physiological functions of mineral micronutrients (Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Mo, B, Cl). **Current Opinion in Plant Biology**, v. 12, n. 3, p. 259–266, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2009.05.006>

HERATH, H. M. S. K.; CAMPS-ARBESTAIN, M.; HEDLEY, M. Effect of biochar on soil physical properties in two contrasting soils: An Alfisol and an Andisol. **Geoderma**, v. 209–210, p. 188–197, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2013.06.016>

HOSSAIN, Z.; BAHAR, M.; SARKAR, B.; DONNE, S. W.; OK, Y. S.; PALANSOORIYA, K. N.; KIRKHAM, M. B.; CHOWDHURY, S.; BOLAN, N. Biochar and its importance on nutrient dynamics in soil and plant. **Biochar**, v. 2, n. 4, p. 379–420, 2020. <https://doi.org/10.1007/s42773-020-00065-z>

HUANG, K.; ZHANG, J.; TANG, G.; BAO, D.; WANG, T.; KONG, D. Impacts and mechanisms of biochar on soil microorganisms. **Plant, Soil and Environment**, v. 69, n. 2, p. 45-54, 2023. <https://doi.org/10.17221/348/2022-PSE>

HUANG, S. Y. B.; YU, C.-C.; LEE, Y.-S. How to promote the agricultural company through environmental social responsibility to achieve sustainable production? **Frontiers in Environmental Science**, v. 9, p. 770783, 2022. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2021.770783>

HUBER, D. M.; JONES, J. B. The role of magnesium in plant disease. **Plant and Soil**, v. 368, n. 1–2, p. 73–85, jul. 2013.

HUNG, C. Y.; TSAI, W. T.; CHEN, J. W.; LIN, Y. Q.; CHANG, Y. M. Characterization of biochar prepared from biogas digestate. **Waste Management**, v. 66, p. 53–60, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.04.034>

INCAPER. Monitoramento Agroclimático. **Incaper**, Alegre, Espírito Santo, 2023. Disponível em: <https://meteorologia.incaper.es.gov.br/monitoramento-alegre>. Acesso em: 16 out. 2023.

JETSRI SUPARB, K.; JEEJAILA, T.; SAENGTHIP, C.; KASEMSIRI, P.; NGERNYEN, Y.; CHINDAPRASIRT, P.; KNIJNENBURG, J. T. N. Tailoring the phosphorus release from biochar-based fertilizers: role of magnesium or calcium addition during co-pyrolysis. **RSC Advances**, v. 12, n. 47, p. 30539–30548, 2022. <https://doi.org/10.1039/D2RA05848K>

JIANG, Z.; ZHENG, H.; XING, B. Environmental life cycle assessment of wheat production using chemical fertilizer, manure compost, and biochar-amended manure compost strategies. **Science of the Total Environment**, v. 760, p. 143342, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143342>

JUNIOR, A. A.; GUO, M. Sewage sludge biochar enhances soil health and crop productivity in strongly acidic soil. **Frontiers in Soil Science**, v. 3, 2023. <https://doi.org/10.3389/fsoil.2023.1066547>

KARIM, A.; KUMAR, M.; SINGH, E.; KUMAR, A.; KUMAR, S.; RAY, A.; DHAL, N. Enrichment of primary macronutrients in biochar for sustainable agriculture: A review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 52, n. 9, p. 1-42, 2022. <https://doi.org/10.1080/10643389.2020.1859271>

KATAYAMA, V. T.; MONTES, C. P.; FERRAZ, T. H.; MORITA, D. M. QUANTIFICAÇÃO DA produção de lodo de estações de tratamento de água de ciclo completo: uma análise crítica. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 20, n. 4, p. 559–569, 2015. <https://doi.org/10.1590/S1413-41522015020040105046>

KAZEMI SHARIAT PANAHI, H. et al. A comprehensive review of engineered biochar: Production, characteristics, and environmental applications. **Journal of Cleaner Production**, v. 270, p. 122462, out. 2020.

KHAN, R.; SHUKLA, S.; KUMAR, M.; ZUORRO, A.; PANDEY, A. Sewage sludge derived biochar and its potential for sustainable environment in circular economy: Advantages and challenges. **Chemical Engineering Journal**, v. 471, p. 144495, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.144495>

KHOBRADE, R. et al. Chemical composition of diesel particulate matter and its control. **Catalysis Reviews**, v. 61, n. 4, p. 447–515, 2 out. 2019.

KIRKBY, E. A. Introduction, definition, and classification of nutrients. In: RENGEL, Z.; CAKMAK, I.; WHITE, P. J. **Marschner's mineral nutrition of plants**. 3 ed. Amsterdã: Elsevier, 2023. p. 3–9.

KOISHI, A. et al. Water Adsorption on Mica Surfaces with Hydrophilicity Tuned by Counterion Types (Na, K, and Cs) and Structural Fluorination. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 126, n. 38, p. 16447–16460, 29 set. 2022.

KOWALSKI, M. et al. Qualitative analysis of activated sludge using FT-IR technique. **Chemical Papers**, v. 72, n. 11, p. 2699–2706, nov. 2018.

KUMI, A.; IBRAIM, M. G. E.; NASR, M.; FUJII, M. Biochar synthesis for industrial wastewater treatment: A critical review. **Materials Science Forum**, v. 1008, p. 202–212, 2020. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.1008.202>

LABANYA, R.; SRIVASTAVA, P. C.; PACHAURI S. P.; SHUKLA, A. K.; SHRIVASTAVA, M.; SRIVASTAVA, P. Effect of three plant biomasses and two pyrolysis temperatures on structural characteristics of biochar. **Chemistry and Ecology**, v. 38, n. 5, p. 430-450, 2022. <https://doi.org/10.1080/02757540.2022.2075858>

LABEGALINI, A. **Obtenção de Biochar a partir da pirólise rápida da torta de pinhão manso: uso como adsorvente e suporte**. 2013. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG, 2013.

LAL, R. Biochar and soil carbon sequestration. In: GUO, M. X.; HE, Z. Q.; UCHIMIYA, S. M. **Agricultural and environmental applications of biochar: Advances and barriers**. Madison: Soil Science Society of America. 2015. P. 175-197. <https://doi.org/10.2136/sssaspecpub63.2014.0042.5>

LEHMANN, J.; JOSEPH, S. **Biochar for environmental management: Science and technology**. London: Earthscan, 2009.

LI, J.; LI, Y.; LIU, F.; ZHANG, X.; SONG, M.; LI, R. Pyrolysis of sewage sludge to biochar: Transformation mechanism of phosphorus. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 173, p. 106065, 2023. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4300107>

LI, X.; RUBÆK, G. H.; SØRENSEN, P. Availability of potassium in biomass combustion ashes and gasification biochars after application to soils with variable pH and clay content. **Archives of Agronomy and Soil Science**, v. 64, n. 8, p. 1119–1130, 2018. <https://doi.org/10.1080/03650340.2017.1414198>

LIANG, J.; YE, J.; SHI, C.; ZHANG, P.; GUO, J.; ZUBIR, M.; CHANG, J.; ZHANG, L. Pyrolysis temperature regulates sludge-derived biochar production, phosphate adsorption and phosphate retention in soil. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 10, n. 3, p. 107744, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.107744>

LILLI, M. A.; PARANYCHIANAKIS, N. V.; LIONOUDAKIS, K.; KRITIKAKI, A.; VOUTSADAKI, S.; SARU, M. L.; KOMNITSAS, K.; NIKOLAIDIS, N. P. The impact of sewage sludge and olive mill waste derived biochar amendments to tomato cultivation. **Sustainability**, v. 15, n. 5, p. 3879, 2023. <https://doi.org/10.3390/su15053879>

LIMA, R. D. C. R. **Avaliação econômica das tecnologias de filtração direta aplicada ao tratamento de água para abastecimento de pequenas populações**. 2019. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, 2019.

LIU, H.; KUMAR, V.; YADAV, V.; GUO, S.; SARSAIYA, S.; BINOD, P.; SINDHU, R.; XU, P.; ZHANG, Z.; PANDEY, A.; AWASTHI, M. K. Bioengineered biochar as smart candidate for resource recovery toward circular bio-economy: A review. **Bioengineered**, v. 12, n. 2, p. 10269–10301, 2021. <https://doi.org/10.1080/21655979.2021.1993536>

LIU, Q.-S.; TIAN, T. Co-pyrolysis of iron-rich sewage sludge and potassium phosphate to prepare biochars: P fractionation and alleviated occlusion. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 159, n. 2, p. 105285, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2021.105285>

LIU, X.; YANG, S.; ZHANG, C.; HUANG, H.; VARODI, A. M. Comparative study on slow pyrolysis products of abandoned furniture materials. **BioResources**, v. 18, n. 1, p. 629–640, 2023. <https://doi.org/10.15376/biores.18.1.629-640>

LV, B.; ZHANG, W.; XU, D.; LI, S.; HU, J.; FAN, X. Influence of different metals on production of sewage sludge-based biochar and its application for ammonium and phosphate adsorption removal from wastewater. **Journal of Environmental Engineering**, v. 148, n. 9, 2022. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)EE.1943-7870.0002039](https://doi.org/10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0002039)

MANDAL, N.; DEY, A.; RAKSHIT, R. **Soil management for sustainable agriculture: New research and strategies**. 1 ed. New York: Apple Academic Press, 2022. 624 p. <https://doi.org/10.1201/9781003184881>

MARTINS FILHO, A. P.; MEDEIROS, E. V. D.; LIMA, J. R. S.; COSTA, D. P. D.; DUDA, G. P.; SILVA, J. S. A. D.; OLIVEIRA, J. B. D.; ANTONINO, A. C. D.; MENEZES, R. S. C.; HAMMECKER, C. Impact of coffee biochar on carbon, microbial biomass and enzyme activities of a sandy soil cultivated with bean. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 93, n. 4, p. e20200096, 2021. <https://doi.org/10.1590/0001-3765202120200096>

MAŠEK, O.; BUSS, W.; BROWNSORT, P.; ROVERE, M.; TAGLIAFERRO, A.; ZHAO, L.; CAO, X.; XU, G. Potassium doping increases biochar carbon sequestration potential by 45%, facilitating decoupling of carbon sequestration from soil

improvement. **Scientific Reports**, v. 9, n. 1, p. 5514, 2019. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-41953-0>

MAZUREK, K.; DRUZYNSKI, S.; KIELKOWSKA, U.; WEGRZYNOWICZ, A.; NOWAK, A.K.; WZOREK, Z.; WROBEL-KASZANEK, A. Municipal sewage sludge as a source for obtaining efficient biosorbents: analysis of pyrolysis products and adsorption tests. **Materials**, v. 16, n. 7, p. 2648, 2023. <https://doi.org/10.3390/ma16072648>

MENDES, J. D. S.; FERNANDES, J. D.; CHAVES, L. H. G.; TITO, G. A.; GUERRA, H. O. C. Effect of poultry litter biochar on the nutritional status of corn. **Revista Caatinga**, v. 34, n. 4, p. 916–925, 2021. <https://doi.org/10.1590/1983-21252021v34n419rc>

MERCL, F.; KOSNAR, Z.; PIERDONA, L.; ULLOA-MURILLO, L. M.; SZAKOVA, J.; TLUSTOS, P. Changes in availability of Ca, K, Mg, P and S in sewage sludge as affected by pyrolysis temperature. **Plant, Soil and Environment**, v. 66, n. 4, p. 143–148, 2020. <https://doi.org/10.17221/605/2019-PSE>

MEZHEVOVA, A. S.; BERESTENEVA, YU. V. Application of Instrumental Analytical Methods in the Study of Sewage Sludge. **Ecology and Industry of Russia**, v. 27, n. 1, p. 35–39, 10 jan. 2023.

MIKAJLO, I.; LOUVEL, B.; ZAHORA, J.; LERCH, T. Z.; POURRUT, B. Co-composted biochar enhances soil fertility more than individual additives. In: **EGU General Assembly**, p. 23-28, Vienna, Austria, 2023. <https://doi.org/10.5194/egusphere-egu23-2978>.

MOHAMED, B. A.; RUAN, R.; BILAL, M.; KHAN, N. A.; AWASTHI, M. K.; AMER, M. A.; LENG, L.; HAMOUDA, M. A.; VO, D. V. N.; LI, J. Co-pyrolysis of sewage sludge and biomass for stabilizing heavy metals and reducing biochar toxicity: A review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 21, n. 2, p. 1231–1250, 2023. <https://doi.org/10.1007/s10311-022-01542-6>

MÜHLING, K. H.; LÄUCHLI, E. Physiological traits of sodium toxicity and salt tolerance. Em: HORST, W. J. et al. (Eds.). **Plant Nutrition**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2001. p. 378–379.

MUJTABA, G.; HAYAT, R.; HUSSAIN, Q.; AHMED, M. Physio-chemical characterization of biochar, compost and co-composted biochar derived from green waste. **Sustainability**, v. 13, n. 9, p. 4628, 2021. <https://doi.org/10.3390/su13094628>

NEPAL, J.; AHMAD, W.; MUNSIF, F.; KHAN, A.; ZOU, Z. Advances and prospects of biochar in improving soil fertility, biochemical quality, and environmental applications. **Frontiers in Environmental Science**, v. 11, 2023. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2023.1114752>

NICHOLAS, H. L.; MABBETT, I.; APSEY, H.; ROBERTSON, I. Physico-chemical properties of waste derived biochar from community scale faecal sludge treatment plants. **Gates Open Research**, v. 6, p. 96, 2022. <https://doi.org/10.12688/gatesopenres.13727.2>

OMOTADE, Í.; MOMOH, S.; OLUWAFEMÌ, B.; AGBOOLA, E. Comparative analysis of nutrients composition in biochar produced from different feedstocks at varying pyrolysis temperature. **Environmental Research and Technology**, v. 3, n. 2, p. 64–70, 2020. <https://doi.org/10.35208/ert.747833>

PANAHI, H. K. S.; DEHHAGHI, M.; OK, Y. S.; NIZAMI, A. S.; KHOSHNEVISAN, B.; MUSSATTO, S.; AGHBASHLO, M.; TABATABAEI, M.; LAM, S. S. A comprehensive review of engineered biochar: Production, characteristics, and environmental applications. **Journal of Cleaner Production**, v. 270, p. 122462, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122462>

PAULINO, E. K. et al. BIOCÁRVÃO DO BÍOSSÓLIDO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO DE PRESIDENTE PRUDENTE-SP. **COLLOQUIUM EXACTARUM**, v. 11, n. 4, p. 46–61, 17 dez. 2019.

PAULINO, E. K.; PINTO, M. A.; MACENA, D. A.; LIMA, A. C.; SANTANA, E. M. L.; SOUZA, J. G.; ALVES, M. R. Biocarvão do biossólido da estação de tratamento de esgoto de Presidente Prudente - SP. **Colloquium Exactarum**, v. 11, n. 4, p. 46–61, 2019. Disponível em: <https://revistas.unoeste.br/index.php/ce/article/view/3271>. Acesso em: 15 jan. 2024.

PEREIRA, M. E.; VARANDA, L.; NAKASHIMA, G.; HANSTED, A.; SILVA, D.; TOMELERI, J.; BELINI, G.; YAMAJI, F. Characterization of the Poultry Litter Biomass for Production of biochar. **Revista Virtual de Química**, v. 11, n. 4, p. 1330-1343, 2019. <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20190092>

PRASAD, M.; TZORTZAKIS, N.; MCDANIEL, N. Chemical characterization of biochar and assessment of the nutrient dynamics by means of preliminary plant growth tests. **Journal of Environmental Management**, v. 216, p. 89–95, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.04.020>

RAMOS, D. C.; CARNEIRO, A. C. O.; SIQUEIRA, H. F.; OLIVEIRA, A. C.; PEREIRA, B. L. C. Qualidade da madeira e do carvão vegetal de quatro clones de Eucalyptus com idades entre 108 e 120 meses. **Ciência Florestal**, v. 33, n. 1, p. e48302, 2023. <https://doi.org/10.5902/1980509848302>

REGO, F.; XIANG, H.; YANG, Y.; ORDOVAS, J. L.; CHONG, K.; WANG, J.; BRIDGWATER, A. Investigation of the role of feedstock properties and process conditions on the slow pyrolysis of biomass in a continuous auger reactor. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 161, p. 105378, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2021.105378>

RIGBY, H.; CLARKE, B. O.; PRITCHARD, D. L.; MEEHAN, B.; BESHAN, F.; SMITH, S. R.; PORTER, N. A. A critical review of nitrogen mineralization in biosolids-amended soil, the associated fertilizer value for crop production and potential for emissions to the environment. **Science of The Total Environment**, v. 541, p. 1310–1338, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.08.089>

RODRÍGUEZ-VILA, A.; ATUAH, L.; ABUBAKARI, A. H.; ATORQUI, D.; ABDUL-KARIM, A.; COOLE, S.; HAMMOND, J.; ROBINSON, S.; SIZMUR, T. Effect of biochar

on micronutrient availability and uptake into leafy greens in two urban tropical soils with contrasting soil pH. **Frontiers in Sustainable Food Systems**, v. 6, p. 821397, 2022. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2022.821397>

SAFAVI, A.; RICHTER, C.; UNNTHORSSON, R. Revisiting the reaction scheme of slow pyrolysis of woody biomass. **Energy**, v. 280, p. 128123, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2023.128123>

SALEEM, S.; MUSHTAQ, N.; RASOOL, A.; SHAH, W.; TAHIR, I.; REHMAN, R. Plant nutrition and soil fertility. In: AFTAB, K. R. H. T. **Sustainable plant nutrition: Molecular interventions and advancements for crop improvement**. Amsterdã: Elsevier, 2023. p. 23–49. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-18675-2.00009-2>.

SANTOS, J. L.; CENTENO, M. A.; ODRIOZOLA, J. A. Biochar production from cellulose under reductant atmosphere: influence of the total pyrolysis time. **RSC Advances**, v. 13, n. 30, p. 21071–21079, 2023. <https://doi.org/10.1039/D3RA03093H>

SCHIMMELPFENNIG, S.; KAMMANN, C.; MOSER, G.; GRÜNHAGE, L.; MÜLLER, C. Changes in macro- and micronutrient contents of grasses and forbs following *Miscanthus x giganteus* feedstock, hydrochar and biochar application to temperate grassland. **Grass and Forage Science**, v. 70, n. 4, p. 582–599, 2015. <https://doi.org/DOI:10.1111/gfs.12158>

SCHINDLER, S. Justus von Liebig. **Chemistry**, v. 5, n. 2, p. 1046–1059, 2023. <https://doi.org/10.3390/chemistry5020071>

SHEN, Y.; YUAN, R. Pyrolysis of agroforestry bio-wastes with Calcium/Magnesium oxides or carbonates – Focusing on biochar as soil conditioner. **Biomass and Bioenergy**, v. 155, p. 106277, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2021.106277>

SIDDIKA, A.; RABBANI, A. M.; PARVEEN, Z. ; HOSSAIN, M. F. Effects of biochar and modified biochar on Chromium contaminated soil properties. **Journal of Science and Engineering**, v. 22, n. 1, p. 82–93, 2023. <https://doi.org/10.53799/ajse.v22i1.538>

SINGH, B.; CAMPS-ARBESTAIN, M.; LEHMANN, J. (EDS.). **Biochar: A Guide to Analytical Methods**. [s.l.] CSIRO Publishing, 2017.

SINGH, B.; CAMPS-ARBESTAIN, M.; LEHMANN, J. **Biochar: A guide to analytical methods**. Clayton: CSIRO Publishing, 2017.

SINGH, S. et al. A sustainable paradigm of sewage sludge biochar: Valorization, opportunities, challenges and future prospects. **Journal of Cleaner Production**, v. 269, p. 122259, out. 2020.

SINGH, S.; KUMAR, V.; DHANJAL, D. S.; DATTA, S.; BHATIA, D.; DHIMAN, J.; SAMUEL, J.; PRASAD, R.; SINGH, j. A sustainable paradigm of sewage sludge biochar: Valorization, opportunities, challenges and future prospects. **Journal of Cleaner Production**, v. 269, p. 122259, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122259>

SIZMUR, T. et al. Application of Biochar for Soil Remediation. Em: **Agricultural and Environmental Applications of Biochar: Advances and Barriers**. [s.l.] John Wiley & Sons, Ltd, 2016. p. 295–324.

SIZMUR, T.; QUILLIAM, R.; PUGA, A. P.; MORENO-JIMENEZ, E.; BEESLEY, L.; GOMEZ-EYLES, J. L. Application of biochar for soil remediation. In: GUO, M.; UCHIMIYA, S.; HE, Z.; GUO, M.; HE, Z.; UCHIMIYA, S. **Agricultural and environmental applications of biochar: advances and barriers**. Nova Jersey : John Wiley & Sons, 2016. p. 295–324. <https://doi.org/10.2136/sssaspecpub63.2014.0054>

SOARES, R.; MADDOCK, J. E. L.; CAMPOS, D. V. B.; MADARI, B. E.; MACHADO, P. L. O. A. Determinação dos estoques de carbono e nitrogênio nas frações físicas da matéria orgânica em solos antrópicos (Terra Preta de Índio) e não antrópicos da Amazônia Central. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 2, p. 292-307, 2022. <https://dx.doi.org/10.21577/1984-6835.20210120>

SUN, Y.; GAO, B.; YAO, Y.; FANG, J.; ZHANG, M.; ZHOU, Y.; CHEN, H.; YANG, L. Effects of feedstock type, production method, and pyrolysis temperature on biochar and hydrochar properties. **Chemical Engineering Journal**, v. 240, p. 574–578, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.10.081>

SYUHADA, A. B.; SHAMSHUDDIN, J.; ISHAK, C. F.; ABDU, A.; ROSNANI, A. Biochar as soil amendment: Impact on chemical properties and corn nutrient uptake in a Podzol. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 96, n. 4, p. 400–412, 2016. <https://doi.org/10.1139/CJSS-2015-0044>

TAN, M. Conversion of agricultural biomass into valuable biochar and their competence on soil fertility enrichment. **Environmental Research**, v. 234, n. 1, p. 116596, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.116596>

TANG, R. J.; LUAN, S. Regulation of calcium and magnesium homeostasis in plants: from transporters to signaling network. **Current Opinion in Plant Biology**, v. 39, p. 97–105, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2017.06.009>

TARIQ, A.; ZENG, F.; GRACIANO, C.; ULLAH, A. Regulation of metabolites by nutrients in plants. In: SINGH, V. P.; SIDDIQUI, M. H. **Plant Ionomics**. 1 ed. Nova Jersey: Wiley, 2023. p. 1–18.

TIMILSENA, Y. P.; ADHIKARI, R.; CASEY, P.; MUSTER, T.; GILL, H.; ADHIKARI, B. Enhanced efficiency fertilisers: a review of formulation and nutrient release patterns. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 95, n. 6, p. 1131–1142, 2015. <https://doi.org/10.1002/jsfa.6812>

TITOVA, J.; BALTRÉNAITĖ, E. Physical and chemical properties of biochar produced from sewage sludge compost and plants biomass, fertilized with that compost, important for soil improvement. **Waste and Biomass Valorization**, v. 12, n. 5, 2021. <https://doi.org/10.1007/s12649-020-01272-2>

TORCHIA, D. F. D. O.; ZONTA, E.; ANDRADE, A. M.; GARCIA, A. Production and characterization of biochar obtained from different biomass and pyrolysis temperature.

Brazilian Journal of Chemical Engineering, v. 39, n. 2, p. 415–427, 2022. <https://doi.org/10.1007/s43153-021-00147-w>

TRAZZI, P. A.; LEAHY, J. J.; HAYES, M. H. B. H. B.; KWAPINSKI, W. Adsorption and desorption of phosphate on biochars. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 4, n. 1, p. 37–46, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2015.11.005>

VIEIRA, G. E. G.; ALEXANDRE, G. P. Tratamento, caracterização e obtenção de bio-óleo combustível a partir da pirólise termocatalítica de lodo de esgoto doméstico – uma revisão. **Revista Liberato**, v. 15, n. 23, p. 51–64, 2014. Disponível em: <http://www.revista.liberato.com.br/index.php/revista/article/view/261>. Acesso em: 22 jan. 2024.

WAKEEL, A. et al. Potassium Substitution by Sodium in Plants. **Critical Reviews in Plant Sciences**, v. 30, n. 4, p. 401–413, jul. 2011.

WANG, Q. et al. Variation in Phosphorus Speciation of Sewage Sludge throughout Three Wastewater Treatment Plants: Determined by Sequential Extraction Combined with Microscopy, NMR Spectroscopy, and Powder X-ray Diffraction. **Environmental Science & Technology**, v. 56, n. 12, p. 8975–8983, 21 jun. 2022.

WANG, Y.; TIAN, F.; GUO, P.; FU, D.; EERES, H. J.; TANG, T.; YUAN, H.; WANG, B.; LI, J. Catalytic liquefaction of sewage sludge to small molecular weight chemicals. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 18929, 2020. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-75980-z>

WATHUDURA, P. D. et al. Microwave and open vessel digestion methods for biochar. **Chemosphere**, v. 239, p. 124788, jan. 2020.

WIERICIK, P. et al. Evaluation of changes in activated sludge and sewage sludge quality by FTIR analysis and laser diffraction. **DESALINATION AND WATER TREATMENT**, v. 273, p. 114–125, 2022.

WYSTALSKA, K.; KWARCIAK-KOZŁOWSKA, A. The effect of biodegradable waste pyrolysis temperatures on selected biochar properties. **Materials**, v. 14, n. 7, p. 1644, 2021. <https://doi.org/10.3390/ma14071644>

XIA, Y.; TANG, Y.; SHIH, K.; LI, B. Enhanced phosphorus availability and heavy metal removal by chlorination during sewage sludge pyrolysis. **Journal of Hazardous Materials**, v. 382, p. 121110, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121110>

XIAO, Y.; REN, X.; CHEN, J. Effect of magnesium additives on phosphorous recovery during sewage sludge combustion and further improvement of bioavailable phosphorous. **Energies**, v. 15, n. 3, p. 909, 2022. <https://doi.org/10.3390/en15030909>

XIE, Y.; WANG, L.; LI, H.; WESTHOLM, L. J.; CARVALHO, L.; THORIN, E.; YU, Z.; YU, X.; SKREIBERG, Ø. A critical review on production, modification and utilization of biochar. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 161, p. 105405, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2021.105405>

YAN, S.; NIU, Z.; YAN, H.; YUN, F.; PENG, G.; YANG, Y.; LIU, G. Biochar application significantly affects the N pool and microbial community structure in purple and paddy soils. **PeerJ**, v. 7, p. e7576, 2019. <https://doi.org/10.7717/peerj.7576>

YU, H.; ZHANG, D.; GU, L.; WEN, H.; ZHU, N. Coupling sludge-based biochar and electrolysis for conditioning and dewatering of sewage sludge: Effect of char properties. **Environmental Research**, v. 214, p. 113974, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.113974>

YUE, Y.; CUI, L.; LIN, Q.; LI, G.; ZHAO, X. Efficiency of sewage sludge biochar in improving urban soil properties and promoting grass growth. **Chemosphere**, v. 173, p. 551-556, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.01.096>

ZHANG, J.; WANG, Q. Sustainable mechanisms of biochar derived from brewers' spent grain and sewage sludge for ammonia–nitrogen capture. **Journal of Cleaner Production**, v. 112, p. 3927–3934, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.07.096>

ZHANG, X.; ZHAO, B.; LIU, H.; ZHAO, Y.; LI, L. Effects of pyrolysis temperature on biochar's characteristics and speciation and environmental risks of heavy metals in sewage sludge biochars. **Environmental Technology & Innovation**, v. 26, p. 102288, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2022.102288>

ZHANG, Z. X.; WU, J.; MENG, J.; CHEN, W. Study of biochar pyrolysis mechanism and production technology. **Applied Mechanics and Materials**, v. 709, p. 364–369, 2014. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.709.364>

ZHOU, D.; LIU, D.; GAO, F.; LI, M.; LUO, X. Effects of biochar-derived sewage sludge on heavy metal adsorption and immobilization in soils. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 14, n. 7, p. 681, 2017. <https://doi.org/10.3390/ijerph14070681>

ZHU, L.; ZHAO, N.; TONGA, L.; LV, Y. Structural and adsorption characteristics of potassium carbonate activated biochar. **RSC Advances**, v. 8, n. 37, p. 21012–21019, 2018. <https://doi.org/10.1039/C8RA03335H>

ZOGLAMI, R. I.; HECHMI, S.; WEGHLANI, R.; JEDIDI, N.; MOUSSA, M. Biochar derived from domestic sewage sludge: Influence of temperature pyrolysis on biochars' chemical properties and phytotoxicity. **Journal of Chemistry**, v. 2021, p. 1–10, 2021. <https://doi.org/10.1155/2021/1818241>

ZOU, C.; YU, N.; MA, C.; LI, B.; LIU, S. Effects of pyrolysis temperature and atmosphere on grinding properties of semicoke prepared from Shenmu low-rank coal. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 173, p. 106059, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2023.106059>