

CRISTIANE DA SILVA BARRA

EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE FÓSFORO E METAIS PESADOS EM LATOSSOLO
VERMELHO AMARELO A PARTIR DA APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós Graduação em Agroquímica, para obtenção do título de “Magister Scientiae”

VIÇOSA
MINAS GERAIS – BRASIL
2005

**Ficha catalográfica preparada pela Seção de Catalogação e
Classificação da Biblioteca Central da UFV**

T

B268e
2005

Barra, Cristiane da Silva, 1978-

Extração sequencial de fósforo e metais pesados em latossolo vermelho amarelo a partir da aplicação de lodo de esgoto. / Cristiane da Silva Barra. – Viçosa: UFV, 2005. xxi, 190f. : il. ; 29cm.

Orientador: Carlos Roberto Bellato.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.

Referências bibliográficas: f. 176-185.

1. Química do solo. 2. Lodo residual como fertilizante.
3. Solos - Teor de metal pesado. 4. Fertilidade do solo.
I. Universidade Federal de Viçosa. II. Título.

CDD 22.ed. 631.41

CRISTIANE DA SILVA BARRA

EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE FÓSFORO E METAIS PESADOS EM LATOSSOLO
VERMELHO AMARELO A PARTIR DA APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós Graduação em Agroquímica, para obtenção do título de “Magister Scientiae”

APROVADO: 28 de fevereiro de 2005.

Prof^a. Elita Duarte Costa
(Conselheira)

Prof. Victor Hugo Alvarez Venegas
(Conselheiro)

Prof. Maurício Paulo Ferreira Fontes

Prof. Waldir José Pinheiro Reis

Prof. Carlos Roberto Bellato
(Orientador)

BIOGRAFIA

Cristiane da Silva Barra, filha de Wellington Palhares Barra e Lenita da Silva Barra, nasceu em 23 de janeiro de 1978 em Belo Horizonte, Minas Gerais. Estudou no Colégio Tiradentes da Polícia Militar onde cursou o primeiro e segundo grau que concluiu em 1995. Em 1998 muda-se para Viçosa, interior de Minas Gerais, para cursar Química na Universidade Federal de Viçosa. Formou-se em 27 de setembro de 2002 em licenciatura em Química, e em 7 de março de 2003, concluiu o bacharelado em Química na mesma universidade. Durante a graduação participou de vários minicursos oferecidos pelo Departamento de Química, estagiou no Laboratório de Química Analítica e Ambiental, participou do Programa de Iniciação Científica no mesmo laboratório se apaixonando pela área trabalhada. No mesmo período, participou de vários Congressos e Encontros de Química. Claro que nem tudo foi só estudo, várias festas, churrascos e saídas para barzinhos contaram com sua presença. Em março de 2003, ingressa no curso de mestrado do Programa de Pós Graduação em Agroquímica, estruturado junto ao Departamento de Química, da Universidade Federal de Viçosa, em Viçosa (MG). Concluiu o curso em 28 de fevereiro de 2005 em Agroquímica com área de concentração em Química Analítica e Ambiental.

A Deus, pela presença constante.

Aos meus queridos pais Wellington e Lenita, pela minha formação.

Aos meus irmãos Wanderson e Wemerson, pela amizade e apoio.

In memoriam dos meus avós Ubirajara, Antônio e Ovidia, pelo amor.

A tia Letice, pelo amor, dedicação e apoio em toda minha vida.

Às amigas Emília e Aninha(in memoriam), pela confiança no meu trabalho.

“A estrada para o **sucesso** não é uma reta.

Há uma curva chamada **fracasso**, um

Trevo chamado **confusão**, um quebra-

Molas chamado **amigos**, faróis de

Advertência chamados **família** e pneus

Furados chamados **empregos**.

Mas... se você tiver um estepe chamado

Determinação, um motor chamado

Perseverança, um seguro chamado **fé** e

Um motorista chamado **Jesus**, você

Chegará a um lugar chamado **sucesso**.”

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Viçosa, pela oportunidade oferecida para a realização deste trabalho.

Aos departamentos de Química e Solos, pela atenção pelo espaço cedido e pela colaboração.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo apoio financeiro.

Aos laboratórios de Química Analítica Ambiental, Instrumentação em Química e Fertilidade do Solo, pelo espaço cedido para realização das análises.

Ao professor Carlos Roberto Bellato.

Ao professor Victor Hugo Alvarez Venegas, pelas sugestões, espaço e material cedido e pela ajuda nas análises estatísticas.

Aos professores Elita Duarte Costa e Benjamim Milagres, pelo incentivo e sugestões na elaboração do trabalho.

Ao amigo Donizete, pela ajuda nas análises e montagem do experimento.

Aos amigos Ricardo Martins, Marcela, Silvéria, Paulo Henrique, Guilherme, Marina, Luciana e Rafaela, pela amizade, pela paciência e ajuda nas análises.

Aos técnicos Ricardo Natalino e Carlos Fonseca, pelas determinações no Espectrofotômetro de Absorção Atômica e análises de fósforo, respectivamente, além da amizade e incentivo.

Aos funcionários do departamento de química, Marisa, José Luiz, Eduardo, Rui, Antônio, Lucinha, Onezina, Viviane, Camila, Jorge, Carlos, pela amizade, atenção, incentivo e pela força.

A todos os amigos do curso de Agroquímica, Márcio, Wallace, Carlos Eduardo, Telma, Marco, Heula, Fernanda, Rita, Júlio, Débora, Fabrícia, Nayara, pela amizade e pelo carinho sempre.

A todos os professores, em especial Elita, Cláudio, Paulo, Efraim, César, Maria Eliana e Antônio Augusto, pela atenção e pelo carinho durante todo este tempo de convivência.

Aos amigos Francisco e Fernanda, pela amizade, pelo carinho, pela força sempre, além da ajuda na análise estatística.

Aos amigos Alice, Sarita, Kamilla, Kelly, Venússia, Vinicius, Eduardo, Guilherme, Cristiano, Bruna, Ana Paula, Rafael, Meire, a turma de química 2003, Fernanda, Cínara, Camila, Luana, pela amizade, pelo carinho e pelos bons momentos.

Enfim, a todos que acreditaram e confiaram na realização deste trabalho.

INDICE

	Página
RESUMO	xvii
ABSTRACT	xx
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	3
2.1. Lodo de Esgoto	3
2.1.1. Composição do Biossólido	5
2.1.2. Contaminantes do Lodo	6
2.1.2.1 Metais Pesados	6
2.1.2.2. Poluentes Orgânicos	9
2.1.2.3. Microrganismos Patogênicos	9
2.1.3. Disposição Final do Lodo	12
2.2. Metais Pesados	13
2.3. Fósforo	14
3. MATERIAL E MÉTODOS	16
3.1. Biossólido e Solo Utilizado	16
3.2. Caracterização Física e Química do Biossólido e do Solo	18
3.2.1. pH	18
3.2.2. Carbono Orgânico Total	18
3.2.3. Matéria Orgânica	19
3.2.4. Capacidade de Troca Catiônica	19

3.2.5. Fósforo	20
3.2.6. Caracterização Específica do Lodo de Esgoto	21
3.2.6.1. Umidade	21
3.2.6.2. Sólidos Voláteis	21
3.2.6.3. Nitrogênio Total	22
3.2.6.4. Relação C / N	23
3.2.6.5. Extração Total de Metais	23
3.2.6.5. Análise de Parasitas	24
3.2.7. Caracterização Específica do Solo	24
3.2.7.1. Acidez Trocável	24
3.2.7.2. Análise Granulométrica	25
3.2.7.3. Extração Total de Metais	25
3.3. Preparação das Amostras e Delineamento Experimental	25
3.4. Extração Seqüencial de Fósforo	26
3.5. Extração Seqüencial de Metais	28
3.6. Instrumentos Utilizados	30
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
4.1. Caracterização Física Química do Solo	32
4.2. Caracterização Química do Lodo de Esgoto	35
4.3. Caracterização Química da 1ª e 5ª coletas	43
4.4. Análise Estatística	47
4.4.1. Cádmio	47
4.4.2. Chumbo	64
4.4.3. Cobre	80
4.4.4. Cromo	95
4.4.5. Manganês	110
4.4.6. Níquel	125
4.4.7. Zinco	140
4.4.8. Fósforo	158
5. RESUMO E CONCLUSÃO	173
6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	176

Índice de Quadros e Figuras

	Página	
Figura 1	Esquema dos processos de tratamento de esgoto	4
Quadro 1	Fontes de geração dos principais metais encontrados em lodos de esgoto.	7
Quadro 2	Alguns metais encontrados no lodo de esgoto e as quantidades máximas que podem ser aplicadas em solos agrícolas dos Estados Unidos, segundo a Capacidade de Troca Catiônica (CTC).	8
Quadro 3	Bactérias presentes em lodo de esgoto (lodo de decantação primária).	10
Quadro 4	Principais vírus entéricos encontrados em lodo de origem doméstica e que podem afetar a saúde humana.	10
Quadro 5	Principais parasitos cujos ovos (helmintos) ou cistos (protozoários) podem ser encontrados no lodo ou no esgoto, hospedeiros normais e acidentais, e doenças causadas nestes hospedeiros.	11
Quadro 6	Medidas obtidas no ano 2000 e projeções das mesmas para os anos 2010 e 2015 nos cinco reatores anaeróbios presentes na ETE Ipanema.	17
Quadro 7	Características físicas e químicas do solo utilizado.	33
Quadro 8	Concentração máxima de metais pesados admissíveis no lodo e no solo para a reciclagem agrícola de acordo com as diretrizes da Espanha.	35
Quadro 9	Características químicas do lodo de esgoto utilizado.	36
Quadro 10	Teor de nutrientes e carbono em diversos tipos de biossólidos no Brasil.	37
Quadro 11	Teores de metais pesados obtidos na extração seqüencial de metais no lodo de esgoto coletado.	40
Quadro 12	Extração seqüencial de fósforo (mg kg^{-1}) do biossólido analisado.	42
Quadro 13	Caracterização Química do solo incubado com doses de lodo durante 20 dias.	44

Quadro 14	Caracterização Química do solo incubado com doses de lodo durante oito meses.	45
Quadro 15	Análise de variância do teor de cádmio nas cinco frações: solúvel (Cd 1), adsorvida (Cd 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cd 3), orgânica (Cd 4) e residual (Cd 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	48
Figura 2	Estimativa da concentração de cádmio e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), ligado a óxido de ferro e manganês (b) e fração orgânica (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo sem calagem.	50
Figura 3	Estimativa da concentração de cádmio e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), ligada a óxidos de ferro e manganês (b) e fração residual (c) em função das doses de lodo aplicado no solo com calagem.	51
Figura 4	Estimativa da concentração de cádmio na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	53
Figura 5	Estimativa da concentração de cádmio na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	54
Figura 6	Estimativa da concentração de cádmio na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	55
Figura 7	Estimativa da concentração de cádmio na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	56
Figura 8	Estimativa da concentração de cádmio na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	57
Figura 9	Estimativa da concentração de cádmio na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	59
Figura 10	Estimativa da concentração de cádmio na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	60
Figura 11	Estimativa da concentração de cádmio na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	61
Figura 12	Estimativa da concentração de cádmio na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	62

Figura 13	Estimativa da concentração de cádmio na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	63
Quadro 16	Análise de variância do chumbo nas cinco frações: solúvel (Pb 1), adsorvida (Pb 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Pb 3), orgânica (Pb 4) e residual (Pb 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	65
Figura 14	Estimativa da concentração de chumbo e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), adsorvida (b) e fração residual (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo sem calagem.	66
Figura 15	Estimativa da concentração de chumbo e sua respectiva equação de regressão na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	67
Figura 16	Estimativa da concentração de chumbo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	68
Figura 17	Estimativa da concentração de chumbo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	69
Figura 18	Estimativa da concentração de chumbo na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	70
Figura 19	Estimativa da concentração de chumbo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	71
Figura 20	Estimativa da concentração de chumbo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	72
Figura 21	Estimativa da concentração de chumbo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	75
Figura 22	Estimativa da concentração de chumbo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	76
Figura 23	Estimativa da concentração de chumbo na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	77
Figura 24	Estimativa da concentração de chumbo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	78

Figura 25	Estimativa da concentração de chumbo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	79
Figura 26	Estimativa da concentração de cobre e sua respectiva equação de regressão na fração adsorvida em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo sem calagem.	80
Quadro 17	Análise de variância do cobre nas cinco frações: solúvel (Cu 1), adsorvida (Cu 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cu 3), orgânica (Cu 4) e residual (Cu 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	81
Figura 27	Estimativa da concentração de cobre e sua respectiva equação de regressão na fração residual em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	82
Figura 28	Estimativa da concentração de cobre na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	83
Figura 29	Estimativa da concentração de cobre na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	84
Figura 30	Estimativa da concentração de cobre na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	85
Figura 31	Estimativa da concentração de cobre na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	86
Figura 32	Estimativa da concentração de cobre na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	87
Figura 33	Estimativa da concentração de cobre na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	89
Figura 34	Estimativa da concentração de cobre na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	90
Figura 35	Estimativa da concentração de cobre na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	91
Figura 36	Estimativa da concentração de cobre na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	92

Figura 37	Estimativa da concentração de cobre na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	93
Quadro 18	Análise de variância do cromo nas cinco frações: solúvel (Cr 1), adsorvida (Cr 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cr 3), orgânica (Cr 4) e residual (Cr 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	96
Figura 38	Estimativa da concentração de cromo e sua respectiva equação de regressão nas frações orgânica (a) e residual (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	97
Figura 39	Estimativa da concentração de cromo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	98
Figura 40	Estimativa da concentração de cromo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	99
Figura 41	Estimativa da concentração de cromo na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	100
Figura 42	Estimativa da concentração de cromo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	101
Figura 43	Estimativa da concentração de cromo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	102
Figura 44	Estimativa da concentração de cromo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	104
Figura 45	Estimativa da concentração de cromo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	105
Figura 46	Estimativa da concentração de cromo na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	106
Figura 47	Estimativa da concentração de cromo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	107
Figura 48	Estimativa da concentração de cromo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	108

Quadro 19	Análise de variância do manganês nas cinco frações: solúvel (Mn 1), adsorvida (Mn 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Mn 3), orgânica (Mn 4) e residual (Mn 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	111
Figura 49	Estimativa da concentração de manganês e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a) e orgânica (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	112
Figura 50	Estimativa da concentração de manganês na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	113
Figura 51	Estimativa da concentração de manganês na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	114
Figura 52	Estimativa da concentração de manganês na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	115
Figura 53	Estimativa da concentração de manganês na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	116
Figura 54	Estimativa da concentração de manganês na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	117
Figura 55	Estimativa da concentração de manganês na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	119
Figura 56	Estimativa da concentração de manganês na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	120
Figura 57	Estimativa da concentração de manganês na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	121
Figura 58	Estimativa da concentração de manganês na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	122
Figura 59	Estimativa da concentração de manganês na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	123
Quadro 20	Análise de variância do níquel nas cinco frações: solúvel (Ni 1), adsorvida (Ni 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Ni 3), orgânica (Ni 4) e residual (Ni 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	126

Figura 60	Estimativa da concentração de níquel e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a) e residual (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	127
Figura 61	Estimativa da concentração de níquel na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	128
Figura 62	Estimativa da concentração de níquel na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	129
Figura 63	Estimativa da concentração de níquel na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	130
Figura 64	Estimativa da concentração de níquel na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	131
Figura 65	Estimativa da concentração de níquel na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	132
Figura 66	Estimativa da concentração de níquel na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	134
Figura 67	Estimativa da concentração de níquel na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	135
Figura 68	Estimativa da concentração de níquel na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	136
Figura 69	Estimativa da concentração de níquel na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	137
Figura 70	Estimativa da concentração de níquel na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	138
Quadro 21	Análise de variância do zinco nas cinco frações: solúvel (Zn 1), adsorvida (Zn 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Zn 3), orgânica (Zn 4) e residual (Zn 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	141
Figura 71	Estimativa da concentração de zinco e sua respectiva equação de regressão nas frações adsorvida (a), ligada a óxido de Fe e Mn (b), orgânica (c) e residual (d) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo sem calagem.	142

Figura 72	Estimativa da concentração de zinco e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), adsorvida (b) e orgânica (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo com calagem.	144
Figura 73	Estimativa da concentração de zinco na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	146
Figura 74	Estimativa da concentração de zinco na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	147
Figura 75	Estimativa da concentração de zinco na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	148
Figura 76	Estimativa da concentração de zinco na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	149
Figura 77	Estimativa da concentração de zinco na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	150
Figura 78	Estimativa da concentração de zinco na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	152
Figura 79	Estimativa da concentração de zinco na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	153
Figura 80	Estimativa da concentração de zinco na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	154
Figura 81	Estimativa da concentração de zinco na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	155
Figura 82	Estimativa da concentração de zinco na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	156
Quadro 22	Análise de variância do fósforo nas cinco frações: lábil (P 1), ligada a superfície de óxidos de Fe e Al (P 2), orgânica lábil (P 3), ligada a Ca (P 4) e residual (P 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.	159
Figura 83	Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a superfície de óxidos de ferro e alumínio em função das doses de lodo aplicadas no solo sem calagem.	160

Figura 84	Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função das doses de lodo aplicadas no solo com calagem.	160
Figura 85	Estimativa da concentração de fósforo na fração lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	162
Figura 86	Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a óxido de ferro e alumínio em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	163
Figura 87	Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	164
Figura 88	Estimativa da concentração de fósforo na fração ligado a Ca em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	165
Figura 89	Estimativa da concentração de fósforo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.	166
Figura 90	Estimativa da concentração de fósforo na fração lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	168
Figura 91	Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a óxido de ferro e alumínio em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	169
Figura 92	Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	170
Figura 93	Estimativa da concentração de fósforo na fração ligado a Ca em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	171
Figura 94	Estimativa da concentração de fósforo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem.	172

RESUMO

BARRA, Cristiane da Silva, M.S., Universidade Federal de Viçosa, fevereiro 2005.
Extração Sequencial de Fósforo e Metais Pesados Em Latossolo Vermelho Amarelo a Partir da Aplicação de Lodo de Esgoto. Orientador: Carlos Roberto Bellato. Conselheiros: Víctor Hugo Alvarez Venegas, Elita Duarte Costa e Benjamim Gonçalves Milagres.

Nas últimas décadas, visando reduzir a adição de poluentes nos rios, os esgotos de algumas cidades começaram a ser tratados, resultando na produção de um lodo rico em matéria orgânica e nutrientes, denominado lodo de esgoto ou biossólido, que necessita de uma adequada disposição final. Entre as diversas alternativas existentes para a utilização do lodo de esgoto, a alternativa para fins agrícolas apresenta-se como uma das mais convenientes, pois, como o lodo é rico em nutrientes e com alto teor de matéria orgânica, é amplamente recomendada sua aplicação como condicionador de solo e, ou, fertilizante. Entretanto, o lodo de esgoto apresenta em sua composição substâncias indesejáveis como metais pesados e organismos patogênicos ao homem. Desses dois aspectos o mais importante é a presença de metais pesados, pois os patógenos do homem podem ser completamente eliminados com tratamento químico, físico ou biológico do lodo. A utilização do lodo de esgoto como fertilizante causa alterações nas propriedades físicas e químicas dos solos. Algumas das alterações são nos teores de fósforo e de metais pesados no solo, que podem contaminar o meio ambiente, afetar o desenvolvimento de plantas, e entrar na cadeia trófica. No Brasil, dados científicos sobre os efeitos da utilização do biossólido na agricultura são escassos.

Para obter mais informações, conduziu-se experimento em casa de vegetação utilizando-se o lodo da Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema, da cidade de Ipatinga – MG. Os tratamentos constaram da adição de lodo nas doses (0, 35, 70, 140 t/ha), em vasos contendo 4,0 kg de solo, com e sem aplicação de calcário. As amostragem foram feitas após 20 dias de incubação (solo+lodo) e depois de cada 2 meses, totalizando cinco épocas de amostragem. Estudou-se a disponibilidade de metais pesados (Zn, Cu, Mn, Pb, Cd, Ni e Cr) e de fósforo em função do tempo de permanência em solo tratado (solo + lodo de esgoto; solo + lodo de esgoto + calcário), utilizando o método de extração seqüenciada para a determinação de fósforo e de metais nas frações geoquímicas do solo. Todos os metais com exceção do fósforo, quando o lodo é adicionado ao solo, se encontram em maior concentração na fração residual, não-disponível, mostrando a tendência dos metais de se estabilizarem. O fósforo, tanto no lodo quanto no solo, se distribui entre todas as frações. Para todos os elementos analisados, se observou que seus íons migram-se entre as frações durante o período de incubação do biossólido no solo. Para o cádmio, o íon migra-se para a fração residual no solo sem calagem e migra-se para a fração orgânica no solo onde houve aplicação de calcário. O chumbo, nos solos com calagem, a migração aconteceu das frações solúvel e orgânica para as frações adsorvida, ligada a óxido de ferro e manganês e residual. O mesmo ocorreu nos solos sem aplicação de calcário para dose de 140 t ha⁻¹. Nas doses zero, sem calagem, ocorre migração das frações adsorvida e residual para fração ligada a óxido de Fe e Mn. Na dose 35 t ha⁻¹, o íon migra-se das frações solúvel e residual para a fração ligada a óxido de Fe e Mn. E na dose de 70, a troca que íon faz é entre as frações solúvel e orgânica para frações ligada a óxidos de ferro e manganês e residual. O íon cobre migra-se para as frações residual no solo sem calagem e no solo com aplicação de calcário, para a fração orgânica. A migração do íon cromo é das frações solúvel e adsorvida para as frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual. O íon manganês, nos solos sem calagem, migra-se da fração solúvel para as frações adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual. Nos solos onde houve aplicação de calcário, no intervalo de 200 a 240 dias de incubação, na dose 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, a concentração de manganês aumentou em todas as frações exceto na fração solúvel, mostrando que a migração do íon ocorreu desta fração para as outras quatro frações (adsorvida, ligada a

óxido de Fe e Mn, orgânica e residual). No níquel, a migração se dá das frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual para fração solúvel. E para o zinco, a migração ocorre das frações solúvel, adsorvida e orgânica para as frações ligada a óxido de Fé e Mn e residual. O fósforo migra das frações lábil, orgânico lábil, ligada a Ca e residual para fração ligada à superfície de óxidos de ferro e alumínio. Nota-se então que todos os metais migraram-se entre as frações geoquímicas durante os 8 meses de incubação do lodo de esgoto.

ABSTRACT

BARRA, Cristiane da Silva, M.S. Universidade Federal de Viçosa, February, 2005. **Phosphorus Sequential Extraction and Heavy Metals in Red Yellow latosol with Sewage Sludge Application.** Adviser. Carlos Roberto Bellato. Committee Members: Victor Hugo Alvarez, Elita Duarte Costa and Benjamim Gonçalves Milagres.

In the last decades, with the purpose of reducing the pollutant addiction in the rivers the sewages of many cities have been treated resulting in a production of a rich sludge with many organic matters and nutrients which is called Sewage sludge or biosolid that requires a final appropriated disposal. Among several alternatives known for the sewage sludge use, the agriculture use is presented as the most appropriated. As the sludge is rich in nutrients and it has high organic matter content its application is recommended as a soil conditioner or as a fertilizer. However, the sewage sludge has in its composition some undesirable substances like heavy metals and pathogenic organisms to the human being. In these two aspects, the most important is the presence of heavy metals because the human pathogens can be completely eliminated in a sludge chemical, physical or biological treatment. The use of sewage sludge as fertilizer causes changes on the soil chemical and physical properties. Some changes are on the phosphorus content and the heavy metals on the soil that can contaminate the environment, to affect the plants developing and to enter in the trophic chain. In Brazil, there is a lack about scientific data in terms of using effects of biosolid in the agriculture. In order to obtain more information about it, an experiment was conducted in a greenhouse using sludge from Ipanema Sewage treatment Station at Ipatinga MG. The treatments were made with the sludge addiction in several doses (0, 35, 70, 140 t/ha), in pots containing 4.0kg of soil, with and without limestone. The

samples were done after 20 days of incubation (soil + sludge) and after each 2 months, in a total of 5 sample periods. It was studied the heavy metals (Zn, Cu, Mn, Pb, Cd, Ni, and Cr) and the phosphorus availability in function of the time remain on the treated soil (soil + sludge; soil + sewage sludge + limestone), using the sequential extraction method for the phosphorus determination and metals on the soil geochemical fractions. All metal, except the phosphorus, when the sludge is added to the soil are observed in the higher concentration in the residual fraction, non available, showing the tendency of metals to be stabilized. The phosphorus, as in the sludge as in soil, had been distributed among all fractions. For all the elements analyzed, it was observed that their ions go among the fractions during the incubation period of biosolid in the soil. For the Cadmium, the ion goes to the residual fraction in the soil without liming and goes to organic fraction in soil where limestone application was done. The lead in the soil with liming, the migration happened in two fractions – soluble and organic for the adsorbed fractions linked to the iron oxide and manganese and residual. The same occurred to soils without limestone application for 140t ha⁻¹ dose. In zero doses, without liming, it had occurred migration of adsorbed and residual fractions linked to the iron oxide and manganese. In dose of 35 t ha⁻¹, the ion goes from soluble and residual fractions to the fraction linked to the iron oxide and manganese. In dose of 70, the change made by the ion is between the soluble and organic fractions to the fractions linked to the iron oxide, manganese and residual. The copper ion goes to the residual fractions in soil without liming and to soil with lime application, to organic fraction.

The chromium migration is from soluble and adsorbed fractions to the fractions linked to the Fe oxide and Mn residual and organic. The manganese ion in soils without liming goes from soluble fraction to adsorbed fraction linked to the iron oxide and manganese, organic and residual. In soils where occurred the limestone application in the interval of 200 to 240 days the incubation in 35t ha⁻¹ dose of sewage sludge the manganese concentration increased in all fraction except in the soluble fraction, showing that migration occurs from soluble, adsorbed, and organic fractions linked to the iron oxide manganese and residual. The phosphorus goes from labile, labile organic, linked to Ca and residual to fraction linked to the iron oxide and aluminum surfaces. It is noticed that all the metals had migrated between the geochemical fractions during 8 months of incubation of the sewage sludge.

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, houve uma explosão do crescimento demográfico e, conseqüentemente, do grau de industrialização. Estes dois fatores são as principais causas dos problemas ambientais.

Toda atividade humana leva invariavelmente à produção de resíduos. Assim, a transformação e disposição destes resíduos, de forma a preservar o ambiente em equilíbrio com as atividades econômicas, é um dos problemas mais sérios a serem enfrentados.

Entre os resíduos produzidos, as águas servidas (esgotos) são um dos mais problemáticos. Nas últimas décadas, com a crescente poluição dos rios, os esgotos começaram a sofrer um tratamento biológico que resulta na produção de um lodo rico em matéria orgânica e nutrientes para as plantas, denominado lodo de esgoto ou biossólido. Este necessita de uma adequada disposição final para não causar contaminação ambiental.

Diversas localidades brasileiras estão produzindo lodo de esgoto, como Ipatinga/MG, Vespasiano/MG, Brasília/DF, Curitiba/PR, Londrina/PR, Franca/SP, Presidente Prudente/SP, São José dos Campos/SP e outras, com tendência de outras cidades, de médio e grande porte, passarem a tratar o esgoto nos próximos anos.

Entre as diversas alternativas existentes para disposição final do lodo de esgoto (aterro sanitário; descarga em oceanos, lagoas e rios; incineração; produção de agregado leve e uso agrícola), a mais conveniente é aquela para fins agrícolas, pois o lodo é rico em nutrientes e tem alto teor de matéria orgânica, e é recomendada sua aplicação como condicionador de solo e, ou, fertilizante.

Considerando os benefícios do uso do biossólido em áreas agrícolas, tais como reciclagem de nutrientes, melhoria de propriedades físicas e aumento da atividade biológica do solo, bem como os aspectos adversos, dentre os quais a presença de metais pesados, pois estes podem se acumular nos solos e serem absorvidos pelas plantas em crescimento em quantidade suficiente para afetar negativamente o seu desenvolvimento e, ou, a saúde dos consumidores.

O conhecimento da concentração e o comportamento dos metais pesados no lodo de esgoto quando adicionado ao solo, é fundamental para o seu uso agrícola. Os metais contidos em um material sólido podem ser fracionados em formas geoquímicas específicas, e que podem ser seletivamente extraídos pelo uso de reagentes adequados. Este fracionamento é feito por extrações seqüenciais, onde a disponibilidade desses elementos é avaliada.

Outro fator importante é a concentração de fósforo, pois os solos apresentam concentrações muito baixas desse elemento na solução do solo sendo limitante para o desenvolvimento de culturas comerciais. A ação antrópica, por meio do manejo do solo, adição de lodo de esgoto (rico em fósforo) e adição de fertilizantes, pode afetar a dinâmica do fósforo no solo. E, da mesma forma que os metais pesados, o fósforo pode ser fracionado através de extrações seqüenciais para avaliação de sua biodisponibilidade.

Além desses aspectos, a aplicação de lodo de esgoto conduzirá mudanças nas propriedades físicas e químicas do solo, como foi citado acima. Portanto, em todo e qualquer estudo com uso do lodo de esgoto na agricultura há necessidade de se conhecer as suas características físico-químicas e a concentração e disponibilidade de metais pesados.

A fim de se obter maior conhecimento sobre o assunto, realizou-se um estudo, em que se conduziu o experimento, utilizando biossólido produzido em uma cidade de médio porte, Ipatinga-MG. O objetivo foi avaliar a disponibilidade de metais pesados e fósforo no solo após a aplicação de quatro doses de lodo de esgoto, e com e sem aplicação de calcário durante o período de incubação de oito meses.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Lodo de esgoto

A água é um dos recursos naturais mais importantes para saúde, bem estar da comunidade e desenvolvimento econômico e social. Uma vez fornecida à população a água potável fica poluída e se lançada diretamente em cursos de água, provoca sua degradação com conseqüências na saúde da população. Portanto, a coleta e o tratamento do esgoto é uma necessidade sanitária, ambiental e social (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

Devido aos baixos índices de tratamento de esgotos ainda verificados no Brasil, há uma perspectiva de um aumento significativo no número de estações de tratamento de esgotos e, em decorrência, da produção do lodo (ANDREOLI et al., 2001). O tratamento, por meio de separação da fração sólida da líquida, é realizado pela combinação de processos físicos, químicos e biológicos, e tem como subproduto o lodo de esgoto (SABESP, 1979).

Os sistemas de tratamento de esgotos normalmente utilizam de forma otimizada, os fenômenos de biodegradação que já ocorrem na natureza. Ao chegar às Estações de Tratamento de Esgoto (ETE), o efluente passa por um pré-tratamento onde as impurezas grosseiras são retidas por grades e caixas de areia. O líquido livre desta fração grosseira passa a conter sólidos finos ou dissolvidos. Em algumas estações o esgoto passa então por um decantador primário onde parte da matéria fina decanta naturalmente. Depois as estações de tratamento biológico utilizam mecanismos e dispositivos que permitem

otimizar os processos naturais de biodegradação, fornecendo aos microrganismos, condições ótimas para que eles se desenvolvam e degradem a matéria orgânica (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ,1997). A figura 1 mostra o esquema da Estação de Tratamento de Esgoto SABESP de São Paulo com todas as etapas de funcionamento da ETE.

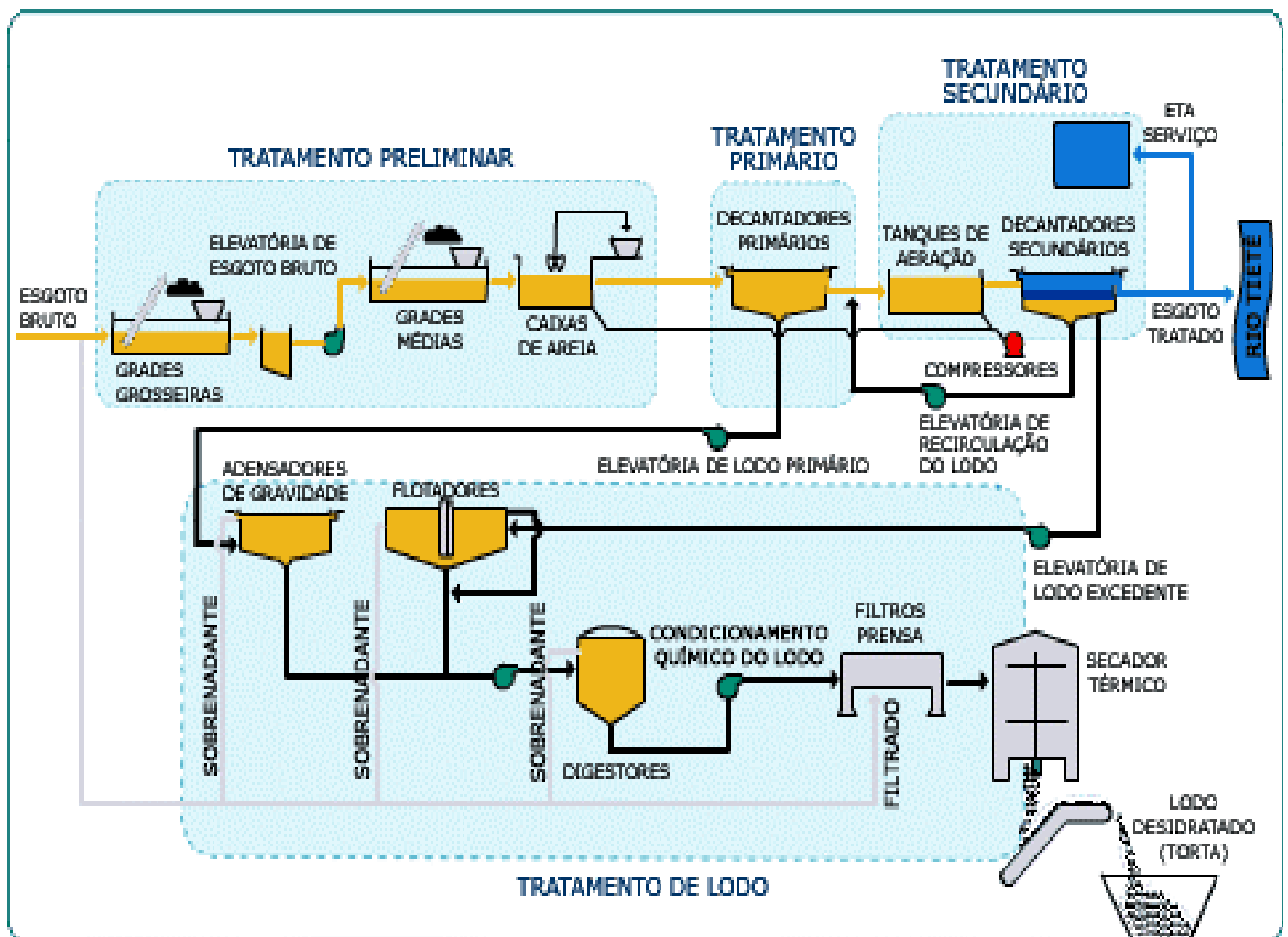


Figura 1: Esquema dos processos de tratamento de esgoto (Fonte:www.sabesp.com.br).

O termo “lodo” tem sido utilizado para designar os subprodutos sólidos do tratamento de esgotos. Nos processos biológicos de tratamento, parte da matéria orgânica é absorvida e convertida, fazendo parte da biomassa microbiana, denominada genericamente de lodo biológico ou secundário, composto principalmente de sólidos biológicos, e por esta razão também denominado de biossólido (ANDREOLI et al., 2001).

2.1.1. Composição do Biossólido

A origem do esgoto determina a qualidade final do lodo gerado. A composição do lodo de esgoto está relacionada com nível sócio econômico da população, pois é resultante dos hábitos alimentares, saneamento básico e estágio de industrialização. A composição química do lodo de esgoto é muito variável e depende da origem dos resíduos (domésticos ou industriais) e do tipo de tratamento empregado (MIYAZAWA et al., 1996). De forma geral, os lodos são constituídos de compostos orgânicos, nutrientes para as plantas e metais pesados.

Os nutrientes encontrados em maior quantidades são o nitrogênio e o fósforo. Os elementos cálcio e magnésio são encontrados em pequenas quantidades, salvo naqueles biossólidos higienizados através da caleação, quando grandes quantidades de cálcio e magnésio são adicionados. O potássio está presente em quantidades muito modestas; no entanto, encontra-se em forma prontamente assimilável pelas plantas e normalmente é suplementado por fertilizantes químicos nos solos adubados com lodo.

As quantidades de micronutrientes são variáveis nos lodos, contendo, geralmente, quantidades apreciáveis de cobre, zinco e manganês e menores de boro, molibdênio e cloro (ANDREOLI et al., 2001).

O lodo de esgoto produzido no Brasil apresenta em sua composição, aproximadamente, 2,5% de N, 4,0% de $H_2PO_4^-$, 0,7% de K_2O e todos os demais nutrientes essenciais para as plantas (MIYAZAWA et al., 1996).

Segundo a COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ (1997), o nitrogênio do lodo provém dos dejetos presentes no esgoto e da biomassa microbiana, encontrando-se na forma mineral (nitratos e amônio) ou orgânica (moléculas de proteínas, aminoácidos, aminoaçúcares, amidos, etc.). Ele também pode ser usado como fator limitante para a

definição da dosagem máxima de lodo a ser aplicado no solo, pois, acima de um certo nível, o nitrogênio pode lixiviar em forma de nitratos e contaminar o lençol freático. Já o fósforo provém dos dejetos e corpos microbianos do esgoto e dos detergentes e sabões que utilizam fosfatos como aditivos.

BETTIOL e CARVALHO (1982) apresentam a composição média do lodo de esgoto, salientando que, além de nutrientes às plantas, a matéria orgânica faz-se presente, conferindo ao mesmo características de condicionador de solos. Os valores apresentados, a seguir, são médias de cinco amostragens: 39,87 dag kg⁻¹ de sólidos totais, 31,74 dag kg⁻¹ de matéria orgânica, 2,60 dag kg⁻¹ de H₂PO₄⁻, 1,26 dag kg⁻¹ de N, 0,31 dag kg⁻¹ de K₂O, 6000,00 mg kg⁻¹ de Mg, 4151,20 mg kg⁻¹ de Zn, 1039,20 mg kg⁻¹ de Cu, 54400,00 mg kg⁻¹ de Fe, 400,00 mg kg⁻¹ de Mn, 30,00 mg kg⁻¹ de Co, 11,08 mg kg⁻¹ de Cd, 730,00 mg kg⁻¹ de Pb, 562,40 mg kg⁻¹ de Ni e 884,00 mg kg⁻¹ de Zn.

A matéria orgânica melhora as características físicas do solo, agindo como agente cimentante, promove maior agregação de suas partículas, reduz sua coesão e plasticidade e melhora sua capacidade de retenção de água (ANDREOLI et al., 2001).

2.1.2. Contaminantes do Lodo

2.1.2.1. Metais Pesados

Para WILLSON et al. (1980), o lodo de esgoto apresenta em sua composição química, além de compostos responsáveis por sua aceitação, como fertilizante, concentração de metais pesados como zinco, cobre, cádmio, manganês, chumbo, os quais constituem o principal problema para esta finalidade.

Os metais pesados podem, acima de certos limites, ser tóxicos para os organismos do solo, para as plantas e para o homem. O conteúdo destes elementos nos

Quadro 1: Fontes de geração dos principais metais encontrados em lodos de esgoto

Metal	Principais fontes industriais de contaminação
Cádmio	Produtos de minerais não metálicos: vidro, cimento e produtos de concreto; produtos metalúrgicos: ferro, aço e galvanoplastias; fundições; produtos mecânicos; componentes elétricos e eletrônicos; borracha; indústria química, produtos farmacêuticos; indústria têxtil.
Cobre	Produtos metalúrgicos: galvanoplastias, metais não ferrosos e fundições; produtos mecânicos; componentes elétricos e eletrônicos; produtos de matérias plásticas; cosméticos e fragrâncias; hospitais; lavanderias; canalizações de água quente.
Zinco	Galvanoplastias, metais não ferrosos e fundições; produtos mecânicos; componentes elétricos e eletrônicos; várias indústrias químicas: adesivos; explosivos; óleos e ceras; pesticidas;
Níquel	Componentes elétricos e eletrônicos; mobiliário; couros, peles e produtos similares; várias indústrias químicas; corantes e pigmentos: explosivos; plásticos; tintas e vernizes; sabões e detergentes; produtos farmacêuticos; cosméticos e fragrâncias; têxtil; lavanderias; material fotográfico.
Mercúrio	Produtos metalúrgicos: galvanoplastias, produtos farmacêuticos, fungicidas, aparelhos elétricos e eletrônicos; mobiliário; várias indústrias químicas; adesivos; explosivos; fertilizantes; pesticidas; plásticos; produtos de tintas e vernizes; produtos farmacêuticos; têxtil; hospitais; laboratórios; material fotográfico.
Cromo	Indústria da madeira; mobiliário; couros, peles e produtos similares; várias indústrias químicas; adesivos; corantes e pigmentos; fertilizantes; indústria do petróleo; óleos e ceras; plásticos; sabões e detergentes; produtos farmacêuticos; cosméticos e fragrâncias; têxtil; material fotográfico.
Chumbo	Produtos metalúrgicos: ferro e aço, galvanoplastias, metais não ferrosos; produtos mecânicos; componentes elétricos e eletrônicos; mobiliário; borracha; couros, peles; adesivos; corantes e pigmentos; explosivos; indústria do petróleo; óleos.
Arsênio	Componentes elétricos e eletrônicos; indústria da madeira; mobiliário; várias indústrias químicas; indústria do petróleo; óleos e ceras; pesticidas;; tintas e vernizes; produtos farmacêuticos; têxtil; hospitais; laboratórios; lavanderias.
Selênio	Produtos de minerais não metálicos: vidro, cimento e produtos de concreto; produtos metalúrgicos: ferro e aço; componentes elétricos; várias indústrias químicas; corantes e pigmentos; tintas e vernizes; têxtil, material fotográfico.

Fonte: ADEME (1998); Morita (1993), Fernandes e Silva (1999)

biossólidos, em geral, é superior ao encontrado nos solos, e seus limites de toxicidade são bastante estreitos, o que reflete na necessidade de acompanhamento constante das quantidades destes elementos aplicados ao solo, junto com os biossólidos. O quadro 1 apresenta as fontes de geração dos principais metais pesados encontrados nos biossólidos.

As alternativas tecnológicas para remoção destes elementos dos biossólidos são, atualmente, incipientes e muito caras. A melhor alternativa para manter a qualidade do biossólido ainda é o controle preventivo das descargas industriais e clandestinas nas redes de coleta de esgoto doméstico. A remoção destes metais pode ser feita por meio de lodos ativados, lagoas de estabilização, filtros biológicos (ANDREOLI et al., 2001).

Segundo LAKE (1987), nos Estados Unidos, as concentrações de metais pesados, permitidas para aplicação de lodo de esgotos na agricultura variam de acordo com a CTC do solo. O quadro 2 apresenta as quantidades máximas, permitidas na aplicação de solos agrícolas dos Estados Unidos, de alguns metais comumente encontrados no lodo de esgoto segundo a capacidade de troca catiônica.

Quadro 2: Alguns metais encontrados no lodo de esgoto e as quantidades máximas que podem ser aplicadas em solos agrícolas dos Estados Unidos, segundo a capacidade de troca catiônica (CTC).

	CTC em cmolc kg ⁻¹ *		
	0 a 5	5 a 15	Acima de 15
	Quantidade máxima do metal em kg ha ⁻¹		
Pb	600	1200	2400
Zn	300	600	1200
Cu	150	300	600
Ni	150	300	600
Cd	5	10	20

*Quantidade total que pode ser aplicada em uma, ou mais vezes, sempre mantendo > 6,5 o pH do solo. Fonte: GOUVÊA (1995).

2.1.2.2. Poluentes Orgânicos

Segundo ANDREOLI et al. (2001) a ocorrência dos poluentes orgânicos no esgoto e no lodo ainda não se encontra tão bem caracterizada quanto a dos metais pesados, mesmo nos países desenvolvidos. Ao contrário dos materiais orgânicos naturais presentes no lodo bruto, os poucos compostos sintéticos orgânicos são susceptíveis à biodegradação e persistem no lodo e águas residuárias. Os compostos encontrados no lodo classificados como poluentes orgânicos incluem, entre outros, compostos altamente tóxicos: solventes orgânicos, bifenilos policlorados (PCBs), pesticidas e agrotóxicos.

Uma vez adicionados ao solo junto ao lodo de esgoto, estas substâncias orgânicas podem ser decompostas pela energia solar (foto-oxidação), podem sofrer volatilização ou biodegradação, que podem ser importantes na alteração de sua estrutura e peculiaridades de toxidez.

2.1.2.3. Microrganismos Patogênicos

Como todo o resíduo de origem animal, o lodo contém microrganismos patogênicos que refletem de maneira direta o estado de saúde da população contribuinte no sistema de esgoto (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

O perfil microbiológico dos esgotos releva a presença de bactérias, vírus, protozoários e helmintos como mostrado nos quadros 3, 4 e 5.

Estes microrganismos constituem risco potencial à saúde humana e animal, na medida em que podem ser transmitidos através de alimentos, de contaminação de mananciais, através da água de escoamento superficial, ou através de vetores como insetos, roedores e pássaros (ANDREOLI et al., 2001).

Portanto o uso seguro do lodo na agricultura supõe a utilização de uma tecnologia que elimine ou diminua sensivelmente a presença destes microrganismos, aliada ao controle de qualidade do lodo higienizado e à adequação do tipo de uso agrícola às

Quadro 3: Bactérias presentes em lodo de esgoto (lodo de decantação primária)

Organismo	Doença	Reservatório (em animais)
<i>Salmonella paratyphi A, B, C</i>	Febre paratifoide	Mamíferos domésticos e selvagens, pássaros e tartarugas
<i>Salmonella typhi</i>	Febre tifóide	Mamíferos, aves domésticas e selvagens
<i>Salmonella spp</i>	Salmonelose	Bovinos e outros animais
<i>Shigella sonnei, S. flexneri, S. boydii, S. dysenteriae</i>	Disenteria	
<i>Vibrio cholerae</i>	Cólera	
<i>Yersinia enterocolitica</i>	Gastroenterite	Aves domésticas e silvestres e mamíferos
<i>Campylobacter jejuni</i>	Gastroenterites	Animais domésticos, cachorros, gatos, aves
<i>Escherichia coli</i>	Gastroenterites	Animais domésticos
<i>Leptospira spp</i>	Leptospirose	Mamíferos domésticos e selvagens, ratos

Fonte: EPA (1992), ADEME (1998)

Quadro 4: Principais vírus entéricos encontrados em lodo de origem doméstica e que podem afetar a saúde humana

Vírus entéricos	Hospedeiros	Doenças
Vírus da hepatite A e E	Homem	Hepatite infecciosa
Rotavirus	Homem	Gastroenterite
Enterovírus	Homem	Meningite, encefalite, doenças respiratórias
Poliovírus	Homem	Poliomielite
Coxsackievirus	Homem	Meningite, pneumonia
Echovírus	Homem	Meningite, Paralisia
Astrovírus	Homem	Gastroenterite
Calicivírus	Homem	Gastroenterite
Reovírus	Homem	Gastroenterite, infecções respiratórias

Fonte: ADEME, 1998

Quadro 5: Principais parasitos cujos ovos (helminthos) ou cistos (protozoários) podem ser encontrados no lodo ou no esgoto, hospedeiros normais e acidentais, e doenças causadas nestes hospedeiros.

Grupo	Parasito	Hospedeiro	Sintomas principais
Nematóides	<i>Ascaris lumbricoides</i>	Homem	Distúrbios digestivos, vômito, dor abdominal
	<i>Ascaris suum</i>	Suíno	Distúrbios digestivos e nutricionais, emagrecimento, tosse, febre.
	<i>Ancylostoma duodenale</i>	Homem	Anemia, emagrecimento
	<i>Necator americanus</i>	Homem	Anemia, emagrecimento
	<i>Trichuris trichiura</i>	Homem	Diarréia, anemia, perda de peso, dor abdominal
	<i>Toxocara canis</i>	Cães, Homem	Emagrecimento, diarreia, febre, desconforto abdominal, sintomas neurológicos (larva migrans visceral)
	<i>Trichostrongylus axei</i>	Bovinos, Eqüinos, Homem	Gastrite, úlcera gástrica
Cestóides	<i>Taenia solium</i>	Homem, Suínos	Distúrbios digestivos, insônia, anorexia, dor abdominal, Distúrbios nervosos, irritação emagrecimento
	<i>Taenia saginata</i>	Homem, Bovinos	Distúrbios digestivos, insônia, anorexia, dor abdominal/ emagrecimento
	<i>Hymenolepis nana</i>	Homem, Artrópodes	Diarréia, sinais nervosos
	<i>Hymenolepis diminuta</i>	Roedores, Artrópodes	Distúrbios digestivos
	<i>Echinococcus granulosus</i>	Cães, Ovinos. Homem	Distúrbios digestivos, hepáticos e pulmonares
Protozoários	<i>Entamoeba histolytica</i>	Homem	Enterite aguda
	<i>Giardia lamblia</i>	Homem, cães, gatos	Diarréia, perda de peso
	<i>Toxoplasma gondii</i>	Gatos, homem, mamíferos e aves	Alterações de sistema nervoso, coriorretinite
	<i>Balantidium coli</i>	Homem, suínos	Distúrbios digestivos
	<i>Cryptosporidium</i>	Homem, bovinos	Gastroenterite

Fonte: Thomaz Soccol e Paulino (2000)

características microbiológicas do lodo (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997). Segundo ANDREOLI et al. (2001), existem várias tecnologias para a redução de agentes patogênicos em biossólidos, partindo de alternativas mais simples, como a caleação, até processos mais complexos e onerosos, como irradiação beta ou gama.

2.1.3 Disposição Final do Lodo

Segundo GOUVÊA (1995), entre as alternativas possíveis para a disposição final do lodo, podem se destacar: a) disposição em aterros sanitários, b) lançamento nos oceanos, c) incineração e d) compostagem, ou emprego direto como fertilizante.

A disposição do lodo em aterros sanitários apresenta alto custo de manutenção, necessidade de grandes áreas e exalação de cheiro desagradável, que são fatores extremamente problemáticos nos grandes centros urbanos (UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE, 1980).

Ainda segundo a USDA (1980), o lançamento do lodo nos oceanos, que afeta de forma muito acentuada o meio ambiente, tornou-se proibido, pela legislação norte-americana, a partir de 1981.

Apesar da considerável redução no volume de lodo, a incineração não pode ser considerada um processo de destinação final do lodo devido à cinza residual, que exige disposição final adequada. Devido à sofisticação do processo e ao alto custo de implantação e operação, o uso de incineradores no tratamento do lodo está restrito às grandes áreas metropolitanas com elevada concentração industrial (ANDREOLI et al., 2001).

Há milênios a matéria orgânica é considerada como importante fonte de fertilidade para os solos (KIEHL, 1985) e, por esta razão, resíduos orgânicos provenientes das atividades humanas são usados como fertilizante há milhares de anos pelos chineses, japoneses e indianos (OUTWATER, 1994). De uso benéfico quando a aplicação objetiva beneficiar-se das propriedades do produto como fertilizante e condicionador do solo, e envolve práticas como reciclagem agrícola e reflorestamentos, o uso em recuperação de áreas degradadas e a produção de substratos de mudas e adubos.

O biossólido pode contribuir, ainda, na melhoria da capacidade de troca catiônica dos solos, o reservatório de elementos nutritivos para as plantas, na melhoria do poder tampão de pH e no estímulo à atividade microbiana do solo (ANDREOLI et al., 2001).

O lodo de esgoto pode fornecer às plantas, em quantidades satisfatórias, com exceção do K, todos os nutrientes essenciais para culturas como *Pinus*, milho, trigo, soja, arroz, feijão, sorgo, pastagens e cana-de-açúcar (BETTIOL et al., 1982/1983; BOARETTO et al., 1992; COGGER E SULLIVAN, 1991; LOGSDON, 1993; MARQUES, 1990; SILVA, 1995; LOURENÇO et al., 1996). Esses autores verificaram ainda que para essas culturas, a aplicação do lodo de esgoto propiciou produtividade semelhante à fertilização mineral. Em milho, FAUST e OBERST (1996) verificaram que a aplicação de lodo de esgoto proporcionou produtividade igual ou superior aos fertilizantes minerais e LOGSDON (1993) apresentou informações sobre aumento de 35 % na produtividade da cultura. Segundo PAGE e CHANG (1994), resultados de campo demonstram que as culturas desenvolvem-se adequadamente em solo onde o lodo de esgoto foi aplicado e não acumulam arsênio, cromo, cobre, chumbo, mercúrio, níquel ou zinco em concentrações que possam causar problemas aos consumidores.

Apesar da reconhecida qualidade do lodo de esgoto como condicionador do solo e fontes de nutrientes, segundo PAGE e CHANG (1994), são necessárias informações sobre os riscos de uso por longo período, associado com a aplicação no solo, principalmente o potencial de lixiviação de H_2PO_4^- e de NO_3^- , transferência de elementos tóxicos e fitotoxicidade.

2.2. Metais Pesados

Por definição, metais pesados são elementos que têm peso específico maior que 5 kg dm^{-3} . A expressão metal pesado engloba metais, semi-metais e mesmo não metais, como o selênio (MALAVOLTA, 1994). Do ponto de vista ambiental, o metal pesado pode ser entendido como aquele metal que, em determinadas concentrações e tempo de exposição, oferece risco à saúde humana e ao ambiente, prejudicando a atividade dos organismos vivos (ANDREOLI et al., 2001).

Estes elementos são encontrados naturalmente no solo em concentrações variáveis, porém são inferiores àquelas consideradas tóxicas para diferentes organismos vivos. Dentre eles As, Co, Cr, Cu, Se e Zn são essenciais aos organismos em certas quantidades, enquanto outros não desempenham qualquer função no metabolismo, sendo tóxicos às plantas e animais.

Segundo COSTA (1991) os metais pesados representam um grupo de poluentes que requer tratamento especial, pois não são degradados biológica ou quimicamente, de forma natural, principalmente, em ambientes terrestres e em sedimentos aquáticos. Ao contrário, são acumulados e podem se tornar ainda mais perigosos quando interagem com alguns componentes no solo.

A preocupação com o teor de metais pesados advém da capacidade de sua retenção pelo solo, da sua movimentação no perfil deste, da possibilidade de atingirem o lençol freático e, sobretudo, da sua absorção pelas plantas, podendo atingir, assim, a cadeia alimentar (FIALHO, 2003).

2.3. Fósforo

O fósforo (P) é componente vital para todos os seres vivos. No corpo humano é o segundo nutriente mineral mais abundante. Nos humanos, 80 % do P é seqüestrado dos ossos e dentes e este nutriente é responsável por 20 % dos minerais do corpo. O restante está amplamente distribuído em gorduras, proteínas, açúcares, enzimas e sais associados com todas as células de nossos corpos. O P é incorporado na estrutura genética fundamental (DNA e RNA) e está criticamente envolvido em produção, transferência e armazenamento de energia via ATP e NADPH em todos os processos biológicos na natureza. Nas plantas, o P é necessário para fotossíntese, respiração, função celular, transferência de genes e reprodução.

A quantidade de P exigida por culturas altamente produtivas é grande. Manter a planta toda bem nutrida com P é um fator primordial na obtenção de altas produtividades. Devido ao fato de o P ser tão fortemente ligados aos processos metabólicos da planta, ele é móvel nos tecidos da planta e fica concentrado nas áreas mais ativas de crescimento. Como resultado, a maior parte do P absorvida pela planta é transferida e armazenada no fruto ou no grão (ou seja, é exportada).

A produção sustentável das culturas demanda um programa de adubação com P que seja, pelo menos, capaz de repor as quantidades removidas do campo. www.livrariaceres.com.br/fosforo_na_agricultura_brasileira.htm

O fósforo não ocorre isolado na natureza, a maior parte do fósforo é encontrada em depósitos de rochas de fosfato, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, apatita, $\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$, e compostos semelhantes contendo fosfato de cálcio.

Fosfatos têm importantes usos como fertilizantes e também na produção de vidros especiais. Fósforo vermelho é usado na fabricação de fósforos de segurança, artefatos pirotécnicos, bombas incendiárias e de fumaça, etc. É um elemento importante na composição de aços, bronzes e outras ligas metálicas. Trifosfato de sódio é um agente de limpeza e é usado para prevenir corrosão em tubulações e em caldeiras. (www.cdcc.sc.usp.br/elementos/fosforo.html)

A eutrofização é o crescimento excessivo das plantas aquáticas, tanto planctônicas quanto aderidas, em quantidades tais que sejam considerados como causadores de interferências nos processos desejáveis que ocorrem no corpo d'água. O principal fator de estímulo é um nível excessivo de nutrientes no corpo d'água, principalmente nitrogênio e fósforo.

Os esgotos domésticos veiculados por sistemas de esgotamento dinâmico são, na realidade, a maior fonte de contribuição de fósforo. Este se encontra presente nas fezes humanas, nos detergentes para limpeza doméstica e em outros subprodutos das atividades humanas. Com relação aos esgotos industriais, é difícil a generalização da sua contribuição, em virtude da grande variabilidade apresentada entre distintas tipologias industriais, e mesmo de indústria para indústria em uma mesma tipologia (www.etg.ufmg.br).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Biossólido e Solo Utilizados

Optou-se por trabalhar com amostra de lodo de esgoto da Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema, situada na cidade de Ipatinga – MG, uma vez que o biossólido produzido na ETE apresentava lodo maturado, ou seja, o material foi exposto no leito de secagem em um período de aproximadamente sete meses. Neste período se processou a redução da umidade, por meio de drenagem e evaporação de água.

A Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) Ipanema processa o lodo, utilizando o sistema anaeróbico convencional. Opera com uma vazão média de $115 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ (janeiro/2004) e recebe esgoto da área residencial, comercial e industrial, de uma população fixa de 232.334 habitantes.

O funcionamento da Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema é basicamente: tratamento preliminar (grade grossa, caixa de areia, elevatória de esgoto que bombeia o esgoto do tratamento preliminar até a caixa de distribuição, e caixa de distribuição que divide o esgoto entre os reatores no tratamento biológico); tratamento primário chamado de tratamento biológico: (bactérias anaeróbias, transformação do lodo estabilizado, gás carbônico, metano (60%) e efluente tratado); tratamento secundário (filtro biológico), e, por último, leito de secagem. Alguns dados e estimativas cedidos pela ETE são apresentados a seguir no quadro 6.

Quadro 6: Medidas obtidas no ano 2000 e projeções das mesmas para os anos 2010 e 2015 nos cinco reatores anaeróbios presentes na ETE Ipanema^a.

Medidas	Ano		
	2000	2010	2015
Volume de descarte do lodo seco			
Concentração de lodo seco			
Volume de descarte	80,40	94,585	102,45
Produção de lodo seco m ³ /mês	114,86	135,12	146,36
Produção de lodo seco m ³ /ano	1378,24	1621,42	1756,24
Produção total de gases no sistema			
Produção média de metano (m ³ /d)	896,50	1054,50	1142,00
Produção média de biogás (m ³ /d)	1280,50	1506,50	1631,50
Taxa líber. resultante (m ³ /m ² h)	0,21	0,25	0,24
Produção total de lodo no sistema			
Produção média (kg SST ^b /d)	1171,50	1378,20	1492,80
Volume médio (m ³ SST/d)	28,70	33,80	36,60
Frequência de descarte (dias)	10,50	10,50	10,50
Volume de descarte (m ³ /d)	603,00	709,35	768,35

^a Dados cedidos pela Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema. ^b Sólidos secos totais.

As amostras do lodo foram coletadas diretamente no leito de secagem, sendo dispostas em sacos plásticos e devidamente etiquetadas. Ao chegarem no laboratório, as amostras foram espalhadas no pátio e quarteadas para melhor homogeneização. Peneirou-se o material em malha de 2 mm.

Caracterizou-se o biossólido coletado na época de incorporação ao solo, quanto ao pH, matéria orgânica, umidade, sólidos voláteis, capacidade de troca catiônica (CTC), nitrogênio total, carbono orgânico total, relação C/N. A avaliação dos parasitas presentes no lodo foi fornecido pela própria ETE Ipanema.

A amostra de solo foi coletada na região de Viçosa – MG nas proximidades do Tiro de Guerra a profundidade de 0-20 cm, colocadas em sacos plásticos etiquetados. Transportou-se para Casa de Vegetação, onde o material foi disposto no pátio para secagem, e então, peneirado em malha de 4 mm e caracterizado física e quimicamente na terra fina seca ao ar (TFSA).

3.2. Caracterização Física e Química do Biossólido e do Solo

3.2.1. pH

O pH foi determinado empregando-se 10,0000 g de amostra “in natura”, recentemente coletada com sua umidade natural, onde foram adicionados 250 mL de água destilada. Agitou-se manualmente a mistura durante 3 min, com o auxílio de um bastão de vidro, e deixou-se em repouso por 30 min. Após o período de repouso, filtrou-se a amostra em papel de filtro, e, determinou-se o pH no filtrado (CARNES e LOSSIN, 1970 e PEREIRA NETO, 1987). Determinou-se o pH também em KCl 1 mol L⁻¹, procedendo-se da mesma maneira.

3.2.2. Carbono Orgânico Total

Colocou-se 0,5000 g de amostra em erlenmeyer de 250 mL. Adicionaram-se 10 mL de solução de K₂Cr₂O₇ 1/6 mol L⁻¹ e 20 mL de H₂SO₄ concentrado. A mistura foi agitada por 1 min, e deixada em repouso por 30 min. Após esse período, adicionaram-se 200 mL de água deionizada, 10 mL de H₃PO₄ concentrado, 0,2000 g de NaF e 10 gotas de difenilamina a 1 dag L⁻¹. A titulação foi efetuada com solução de Fe(NH₄)₂(SO₄)₂ 0,5 mol L⁻¹ até que a cor mudasse para verde (DEFELIPO e RIBEIRO, 1981).

Cálculo do teor de carbono orgânico (dag kg⁻¹)

$$\text{C.O} = \frac{10 (1 - \frac{T}{B}) \times 0,003 \times \frac{1}{0,77} \times \frac{100}{0,5}}$$

$$\text{C.O} = \frac{(1 - \frac{T}{B}) \times 7,7922}{1}$$

Onde:

10 = volume (mL) de K₂Cr₂O₇ 1/6 mol L⁻¹ adicionado;

B = volume (mL) gasto de sulfato ferroso na prova em branco;

T = volume (mL) gasto de sulfato ferroso para análise do lodo;

0,003 = mmol_c do carbono;

0,77 = fator de recuperação do método;

0,5 = peso da amostra do solo (g).

3.2.3. Teor de Matéria Orgânica

Considerando que a matéria orgânica contém 58 % de carbono, o teor de matéria orgânica foi determinado multiplicando o teor de carbono orgânico total pelo fator 1,724 (DEFELIPO e RIBEIRO, 1981).

3.2.4. Capacidade de Troca Catiônica (CTC)

Para determinação da CTC potencial (bases trocáveis + acidez potencial) a uma porção de 5,0000 g de amostra, adicionou-se 100 mL de solução de KCl 1,0 mol L⁻¹. A mistura foi agitada várias vezes ao dia. Após repouso de 16 h, determinaram-se as

concentrações de Ca^{+2} e Mg^{+2} liberados no sobrenadante em espectrofotômetro de absorção atômica.

A uma outra porção de 5,0000 g de amostra foram adicionados 50 mL de solução de HCl 0,05 mol L^{-1} . A mistura foi agitada várias vezes ao dia. Após repouso de 16 h, determinaram-se as concentrações de Na^{+} e K^{+} no sobrenadante por fotometria de emissão em chama (EMBRAPA, 1979).

Adicionaram -se 7,5 mL de solução de acetato de cálcio 0,5 mol L^{-1} (pH 7) a outra porção de 0,5000 g de amostra, em erlenmeyer de 250 mL. Agitou-se durante 5 min e deixando-se em repouso durante 16 h. Filtraram-se as amostras e em seguida transferiram-se 5,0 mL do filtrado para erlenmeyer de 125 mL. Adicionaram-se 4 gotas da solução de fenolftaleína a 3 dag L^{-1} . Promoveu-se a titulação do filtrado com solução de NaOH 0,05 mol L^{-1} até o aparecimento da cor rosa permanente (acidez trocável H e Al) (HARADA e INOKO, 1980).

O cálculo da CTC foi feito obtendo-se a soma das bases (SB), que corresponde aos teores de Ca, Mg, K e Na, mais a acidez potencial, que corresponde ao H e Al.

$$\text{CTC potencial} = \text{bases trocáveis} + \text{acidez potencial}$$

3.2.5. Teor de Fósforo

Colocaram-se 10,0000 g da amostra em um erlenmeyer de capacidade para 250 mL e adicionaram-se 100 mL do extrator de Mehlich 1 (HCl 0,05 mol L^{-1} e H_2SO_4 0,025 mol L^{-1}). Agitou-se por 5 min, deixando em repouso por um período de 16 h, aproximadamente. Após este período, retirou-se 5 mL do sobrenadante e misturou com 5 mL de solução coquetel. Após 30 min, fez-se a leitura da cor azul no espectrofotômetro de UV visível, no comprimento de onda de 725 nm. Utilizou-se de curva padrão, estimou-se o teor de P na amostra.

Solução coquetel: Em um balão volumétrico de 1000 mL, adicionaram-se 200 mL de solução 725 (1 g de subcarbonato de bismuto, 138 mL de H_2SO_4 concentrado, 20,000 g de molibdato de amônio e água deionizada para completar o volume do balão volumétrico de 1000 mL) mais 1,6000 g de ácido ascórbico. Completou-se o volume do

balão volumétrico com água deionizada e homogeneizou-se a solução (DEFELIPO e RIBEIRO, 1981).

3.2.6. Caracterização Específica do Lodo de Esgoto

3.2.6.1. Umidade

As determinações do teor de água foram realizadas, de acordo com as recomendações citadas por SOLYON (1977). Feitas três repetições, nas quais a amostra "in natura" foi pesada ($\pm 30,0$ gramas) e levada à estufa a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 24 h, e transferida para um dessecador até resfriamento e pesada, em seguida. A umidade (%) foi obtida, usando a expressão:

$$\text{Umidade} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \times 100$$

Em que:

P_1 = Peso inicial da amostra (g)

P_2 = Peso final da amostra (g)

3.2.6.2. Sólidos Voláteis

O teor de sólidos voláteis (SV) foi determinado por combustão de 2,0000 g de biossólido seco, em mufla, a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 h (PEREIRA NETO, 1987). O teor de sólidos voláteis (%) foi obtido pela expressão:

$$\text{Sólidos Voláteis} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \times 100 - \text{umidade}$$

Em que:

P_1 = Peso inicial da amostra (g)

P_2 = Peso final da amostra (g)

Umidade determinada anteriormente

3.2.6.3. Nitrogênio Total

O nitrogênio total foi determinado pelo método de Kjeldahl (HAVILAGH, 1977; OHLWEILER, 1981; Silva, 1960). Foram pesados 200 mg de amostra do bio sólido seco a $65 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ e introduzidos no balão de Kjeldahl de 100 mL. A seguir, adicionou-se 5,000 g da mistura digestora (100 partes de K_2SO_4 , 1 parte de CuSO_4 e 0,8 parte de Se metálico) e mais 5 mL de H_2SO_4 concentrado. O balão foi aquecido em chapa digestora a 400°C , por 1:30 h, até que o seu conteúdo permanecesse límpido. Após resfriar, juntaram-se 15 mL de água destilada. O conjunto de destilação foi, então, transferido para o tubo do aparelho de Kjeldahl, adicionando-se 10 mL de solução de NaOH (1:1). A um erlenmeyer de 250 mL, foram adicionados 10 mL de H_3BO_3 a 4 dag L^{-1} , mais 3 gotas de indicador vermelho de metila a $0,2 \text{ dag L}^{-1}$, adaptando-se ao conjunto de destilação, para receber o gás amoníaco. O conteúdo foi destilado até a viragem do indicador de vermelho para verde, titulando-se com solução de HCl $0,02 \text{ mol L}^{-1}$, até a viragem para o vermelho novamente. O teor de nitrogênio foi obtido, utilizando a seguinte expressão:

$$\%N = V \times N' \times F \times 14 \times 100 / MA$$

Sendo que:

V = volume de ácido clorídrico gasto na titulação;

N' = normalidade do ácido;

F = fator de correção do ácido;

14 = número de mg mmol⁻¹ do N na reação;

MA = massa da amostra (mg).

3.2.6.4. Relação C/N

O valor de C/N foi obtido da relação entre o carbono orgânico total (C) e nitrogênio total (N), conforme determinados nos experimentos anteriores (Keller, 1991 e ABNT, 1997).

3.2.6.5. Extração Total de Metais

O método adotado para a mineralização do biossólido, foi adaptado a partir dos procedimentos analíticos recomendados pelos fabricantes de forno de microondas, bem como da literatura disponível no catálogo do fabricante do aparelho. As concentrações de Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn foram então determinadas nos extratos.

Para o processo de digestão foi pesado 0,5000 g de amostra, adicionaram-se 8,0 mL de HNO₃ 65 % e 2,0 mL de HCl 37 %. Levaram-se as amostras ao forno de microondas em processo de 4 passos da seguinte forma:

Passos	Potência (Watts)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	1000	90	2,5
2	1000	130	5
3	1000	190	3,5
4	1000	190	10

Logo após a digestão, as amostras foram filtradas e diluídas para 25 mL e analisadas no Espectrofotômetro de Absorção Atômica.

3.2.6.6. Análise de Parasitas

A análise foi feita no Lab Acil (Análise Clínicas Ipatinga Laboratório – Tecnologia e Qualidade) pelos responsáveis Antônio Carlos Lopes (CRFMG 3221) e Olimpio Caetano dos Santos (CRFMG 3414).

3.2.7. Caracterização Específica do Solo

3.2.7.1. Acidez Trocável (Al^{3+})

Colocou-se 10,000 g do solo em erlenmeyer de 250 mL e adicionou-se 100 mL de KCl 1 mol L⁻¹. Agitou-se por 5 min e deixou em repouso por aproximadamente 16 h. Após este período, tomou-se 25 mL do sobrenadante em um erlenmeyer de 125 mL, adicionou-se 3 gotas de indicador azul de bromotimol a 1 dag L⁻¹ e titulou-se com NaOH 0,025 mol L⁻¹. A viragem da cor é de amarelo para azul (DEFELIPO E RIBEIRO, 1981).

$$(V_1 - V_2) \times 0,025 \times \frac{100}{25} \times \frac{100}{10} = Al^{+3}$$

Em que:

Al^{+3} em $cmol_c kg^{-1}$

$(V_1 - V_2)$ – diferença dos volumes gastos na titulação da amostra e no teste do branco.

0,025 – concentração de NaOH

100/25 – relação entre volume do extrato e volume da alíquota

100/10 – cálculo do resultado em $cmol_c kg^{-1}$, tendo como base 10 g de solo.

3.2.7.2. Análise Granulométrica

A análise textural foi realizada, pesando-se 20,0000 g da amostra, que foi passada por peneira de 2 mm, utilizando-se o método da pipeta (dispersão NaOH 1 mol L⁻¹) (EMBRAPA, 1979).

3.2.7.3. Extração Total de Metais

O método adotado para a mineralização do solo, foi adaptado a partir dos procedimentos analíticos recomendados pelos fabricantes de forno de microondas, bem como da literatura disponível. As concentrações de Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn foram então determinadas nos extratos.

Para o processo de digestão foram pesadas 0,2500 g de amostra, adicionaram-se 5,0 mL de HNO₃ 65 % e 3,0 mL de HF 40 %. Levaram-se as amostras ao forno de microondas em processo de 2 etapas da seguinte forma:

Passos	Potência (Watts)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	1000	200	10
2	1000	200	20

Logo após a digestão, as amostras foram filtradas e diluídas para 25 mL e analisadas no Espectrofotômetro de Absorção Atômica.

3.3. Preparação das Amostras e Delineamento Experimental

O experimento consistiu de fatorial 2x4x5, sendo 2x4 (duas misturas: solo+biossólido e solo+biossólido+calcário, e quatro doses) em blocos casualizados com quatro

repetições, e o fator 5 amostragens como em parcelas subdivididas. Os tratamentos constaram da adição de biossólido nas doses 0, 35, 70 e 140 t/ha e a adição de calcário, o suficiente para atingir 70 % de saturação por bases no solo, perfazendo um total de 32 vasos.

Os solos com os tratamentos, foram colocados em vasos de 5 L de capacidade, contendo 4 dm³ de solo, sendo um sistema fechado, ou seja, sem lixiviação. Durante todo o período de incubação, procedeu-se semanalmente a irrigação com água deionizada, de modo a manter umidade de 310 mL de água para cada 1 kg de solo.

A amostragem foi feita após 20 dias de incubação e depois a cada 2 meses, em um total de 5 épocas de amostragem (12/03, 20/04, 23/06, 20/08 e 22/10/04). Das amostras retirou-se uma porção correspondente a 200,00 g do material a cada amostragem, que, após quarteamentos sucessivos e secagem ao ar, o material foi submetido a peneiramento (peneira de 2 mm de malha) para se ter terra fina seca ao ar (TFSA).

As amostras foram submetidas então, à extração seqüencial de metais e à extração seqüencial de fósforo. Para a primeira e última amostragem foram feitas à caracterização química do solo, para fins agronômicos.

O experimento foi conduzido em casa de vegetação, na Universidade Federal de Viçosa (UFV), em Viçosa – MG, no período de 15/02/2004 a 30/10/2004.

Com os valores de concentração de metais pesados e fósforo obtidos nas extrações seqüenciais foram feitos com o Programa SAEG (Sistema para Análise Estatística) análise de variância e de análise de regressão testando a significância ao nível de 5 % e 1 % de probabilidade.

3.4. Extração seqüencial das formas do P

Na determinação das formas do P, foram empregados os métodos recomendados por Hedley et al. (1982 e 1994).

(1) Fósforo Lábil

O processo de extração utilizado permitiu a avaliação do fósforo lábil, pela sua transferência por dissolução gradativa de compostos fosfatados, da fase sólida do composto para uma resina, por meio de solução aquosa.

O procedimento, recomendado para análise de solo, consistiu em extrair o P lábil com uma lâmina de resina aniônica, saturada com bicarbonato de sódio.

Uma suspensão aquosa (água deionizada) do material (0,5000 g de lodo) foi agitada com uma lâmina de resina por 16 h. Depois disso, a resina foi limpa com água e agitada por 1 h com uma solução de NH_4Cl $0,8 \text{ mol L}^{-1}$ e HCl $0,2 \text{ mol L}^{-1}$, que extraiu o P da resina (SAGGAR et al., 1980)

Determinou-se o fósforo pelo método do fosfomolibdato/ ácido ascórbico (DEFELIPO E RIBEIRO, 1981).

(2) Fósforo ligado à superfície de óxidos de Fe e Al

À suspensão proveniente da primeira extração, acrescentou-se 3,3 mL de solução de NaOH $1,0 \text{ mol L}^{-1}$. Em uma mesa agitadora, agitou-se por 16 h a 150 rpm. Após este período, centrifugou-se a solução por 20 min a 2000 rpm. Após a filtração, a determinação de P no filtrado é feita como descrito anteriormente. O sobrenadante foi submetido à leitura espectrofotométrica.

(3) Fósforo orgânico lábil

Adicionaram-se 5,0 mL do sobrenadante da segunda extração em um tubo de digestão, e acrescentaram-se 8 mL de H_2SO_4 concentrado. Realizou-se o refluxo dessa solução utilizando-se um bloco digestor por 2 h a temperatura de $150 \text{ }^\circ\text{C}$. Após esse tempo, adicionaram-se alíquotas de 0,5 mL de H_2O_2 30%, até que se obtivesse uma solução transparente, ainda sob aquecimento.

Obteve-se um terceiro extrato que depois de diluído a 50 mL com água deionizada em um balão volumétrico, foi submetido a leitura espectrofotométrica. O valor de concentração de P orgânico foi obtido pela subtração da concentração encontrada para a 3ª extração e 2ª extração

(4) Fósforo ligado a Ca

Tratou-se o resíduo da etapa (3) com 30 mL H_2SO_4 0,5 mol L^{-1} . Agitou-se por 16 h a 150 rpm em uma mesa agitadora. Após este período, centrifugou-se a solução por 20 min a 2000 rpm. Procedeu-se a filtração e determinou-se o P no filtrado como descrito anteriormente.

(5) Fósforo residual

Em um tubo digestor, tratou-se o resíduo da etapa (4) com 8 mL de H_2SO_4 concentrado. Procedeu-se o refluxo da solução em bloco digestor a 150 °C por 2 h. Após esse período, acrescentaram-se alíquotas de 0,5 mL de H_2O_2 30 %, até que se obtivesse uma solução límpida, ainda sob aquecimento. O digerido é diluído no balão volumétrico de 50 mL e, então se determinou P como descrito anteriormente.

3.5. Extração Seqüencial de Metais

Seguindo-se o método de extração seqüencial proposto por Tessier (1979), analisaram-se os metais solúveis; adsorvidos; ligados aos óxidos de ferro e manganês; ligados à matéria orgânica; e residuais.

Foi pesado 1,0000 g de cada amostra em tubos de polietileno de centrífuga de 60 mL e procedeu-se a extração, conforme descrito a seguir.

(1) Metal solúvel

A 1,000 g da amostra adiciona-se 8,0 mL de MgCl_2 1,0 mol. L^{-1} (pH 7), agitou-se em mesa agitadora (agitação horizontal, 150 rpm.) por 1 h, centrifugou-se a solução por 20 min a 2000 rpm. Filtrou-se e diluiu-se o extrato para 25,0 mL. Os extratos foram acidificados a pH 1 antes de ser aferido o volume. O resíduo foi lavado com 8,0 mL de água deionizada e o sobrenadante descartado.

(2) Metal adsorvido

Adicionaram-se 8,0 mL de CH_3COONa $1,0 \text{ mol L}^{-1}$, a pH 5 com CH_3COOH ao resíduo (1), agitou-se (agitação horizontal, 150 rpm.) por 5 h, centrifugou-se as amostras procedendo como citado acima.

(3) Metal ligado a óxidos de ferro e manganês

Acrescentaram-se 20,0 mL de $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ $0,04 \text{ mol L}^{-1}$ em CH_3COOH 250 mL L^{-1} ao resíduo da segunda extração e levou-se ao banho-maria a $96 \text{ }^\circ\text{C}$ por 6 h, centrifugou-se e filtrou-se para balão de 25,0 mL. Os extratos acidificados a pH 1 foram estocados.

(4) Metal ligado à fração orgânica

Adicionaram-se 5,00 mL de H_2O_2 30% (m/v) a pH 2 com HNO_3 e 3 mL de HNO_3 $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ ao resíduo (3) e levou-se ao banho-maria a 85°C durante 2 h. Acrescentou-se mais 3 mL H_2O_2 30% (m/v) a pH 2 com HNO_3 e levou-se novamente para o banho-maria a 85°C durante 3 h. Depois de frio, adicionaram-se 5 mL de NH_4OAc $3,2 \text{ mol L}^{-1}$ em 20% (v/v) HNO_3 , agitando por 30 min. Centrifugou-se e filtrou-se para balão de 25,00 mL procedendo como anteriormente.

(5) Metal residual

Foram adicionados 2,0 mL de HClO_4 e 10 mL de HF, ambos concentrados, ao resíduo (4). A suspensão solo + ácidos foi levada a aquecimento até secura. Adicionaram-se 10,00 mL de HF e 1,00 mL de HClO_4 concentrados e aqueceu-se até a secura. Em seguida, adicionou-se 1,00 mL de HClO_4 e novamente ao aquecimento até o aparecimento de fumaça branca. O extrato foi filtrado e diluído para 25,0 mL com água deionizada. Os extratos foram armazenados em frascos de polietileno.

Os extratos obtidos em cada etapa foram analisados pela técnica de absorção atômica, sendo que aspirados diretamente em chama ar-acetileno.

3.6. Instrumentos Utilizados

3.6.1. Medidor de pH

Para determinação de pH, foi utilizado um medidor portátil de pH e temperatura da marca WTW, modelo 330i, digital, equipado com eletrodo de vidro e eletrodo de referência de prata/cloreto de prata combinado, com precisão de duas casas decimais.

3.6.2. Espectrofotômetro de Absorção Atômica

Para a determinação das concentrações dos metais Ca, Mg, Na, K, Cd, Pb, Cu, Cr, Mn, Ni e Zn foi utilizado o espectrofotômetro de absorção atômica da Varian, modelo SpectrAA 200.

3.6.3. Espectrofotômetro de UV-Visível

A análise de fósforo foi feita num espectrofotômetro da marca Varian, modelo Cary 50, provido de cubeta de quartzo de 1 cm de caminho óptico.

3.6.4. Forno de Microondas

A digestão das amostras foi feita em forno de microondas comercial da Milestone, modelo ETHOS PLUS, que emprega sistema fechado de alta pressão.

3.6.5. Agitador de Bancada e Centrífuga

As soluções extratoras foram agitadas no agitador de bancada da marca CERTOMAT MO, com controle de tempo de agitação e centrifugadas no aparelho da marca FANEN.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Físico-Química do Solo

A análise do solo é uma técnica importante e decisiva para uma indicação correta dos nutrientes a serem fornecidos ao mesmo. Os resultados da caracterização física e química do solo utilizado na pesquisa se encontram no quadro 7.

De acordo com ALVAREZ V. et al (1999), a acidez ativa (ou pH) pode ser interpretada por critérios químicos e, ou agronômicos. Segundo a classificação química, o solo possui uma acidez elevada e, já pela classificação agronômica, sua acidez é baixa. Quando o pH do solo é menor que 5,5, o alumínio do solo pode ser tóxico às plantas, a assimilação de nutrientes é prejudicada e o desenvolvimento dos microrganismos do solo diminui de intensidade (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

Ainda segundo a COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ (1997), quase todos os metais, com exceção do Selênio e o Molibdênio são mais solúveis em pH ácido. A maioria das pesquisas indica que se o pH do solo estiver entre 6,0 e 6,5 há uma redução efetiva na absorção de metais pesados pelas plantas. Portanto, se o solo apresentar reação ácida deve ser feita à calagem de acordo com a recomendação agronômica, antes da incorporação do lodo.

Quadro 7: Características físicas e químicas do solo utilizado.

Características	Resultados
pH (H ₂ O)	4,50
Fósforo (mg dm ⁻³)	2,00
Sódio (mg dm ⁻³) ^b	< 2,0 x 10 ⁻⁶
Potássio (mg dm ⁻³)	32,00
Cálcio (cmol _c dm ⁻³)	0,27
Magnésio (cmol _c dm ⁻³)	0,15
Alumínio (cmol _c dm ⁻³)	3,00
Acidez Potencial (cmol _c dm ⁻³)	13,50
CTC (pH 7) (cmol _c dm ⁻³)	14,00
Matéria Orgânica (dag kg ⁻¹)	5,90
Carbono Orgânico (dag kg ⁻¹)	3,42
Metais Totais^a	
Cromo (mg kg ⁻¹)	26,33 ± 7,62
Níquel (mg kg ⁻¹)	23,94 ± 0,96
Chumbo (mg kg ⁻¹)	40,35 ± 1,76
Cobre (mg kg ⁻¹)	10,11 ± 0,24
Zinco (mg kg ⁻¹)	< 0,025
Cádmio (mg kg ⁻¹)	2,09 ± 0,19
Manganês (mg kg ⁻¹)	33,61 ± 8,63
Análise Granulométrica	
Areia grossa (%)	19
Areia fina (%)	10
Silte (%)	11
Argila (%)	60
Classe textural	Muito Argilosa
pH em água – relação 1:2,5	H + Al – Extrator acetato de cálcio 0,5 mol L ⁻¹
P – Na – K – Extrator Mehlich 1	CTC – capacidade de troca catiônica
Ca – Mg – Al – Extrator KCl 1 mol L ⁻¹	Mat. Org. = C Org. x 1,724 – Walkley-Black
^a Média ± desvio padrão de 4 repetições.	^b Abaixo do limite de detecção.

De acordo com a USEPA (1979), as qualidades ótimas do solo para a aplicação de lodo são: profundidade do horizonte A, alta capacidade de infiltração e percolação, textura fina suficiente para alta capacidade de retenção de água e nutrientes, boa drenabilidade e aeração, pH alcalino a neutro (para reduzir a mobilidade e a solubilidade de metais pesados).

O solo utilizado na pesquisa é um latossolo vermelho-amarelo, que tem textura muito argilosa e pH de 4,50, como mostrado no quadro 7, portanto é um solo ideal para aplicação do lodo de esgoto. A aptidão do solo para a aplicação do biossólido é potencialmente muito alta quando é um latossolo, ou quando apresenta textura argilosa. Quando o solo tem pH inferior a 6,5 e é para a aplicação de lodo caleado, ou a qualquer faixa de pH do solo para aplicação do lodo compostado, a aptidão também é considerada potencialmente alta (ANDREOLI et al., 2001).

O solo possui teores de carbono orgânico, matéria orgânica e CTC altos, pois seus teores se encontram na faixa de 2,33 a 4,60; 4,01 a 7,00 dag kg⁻¹ e 8,61 a 15,00 cmol_c dm⁻³, respectivamente.

Solos com maior CTC têm mais capacidade de imobilizar metais pesados e, portanto suportam doses maiores de lodo com maior segurança (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

Analisando os resultados de cálcio e magnésio trocáveis, percebe-se que seus valores são muito baixos. O contrário acontece para acidez potencial (H⁺ + Al³⁺) e acidez trocável (Al³⁺), nos quais os valores são muito altos.

A disponibilidade de fósforo no solo é muito baixa, ou seja, menor que 2,7 mg dm⁻³, de acordo com o teor de argila apresentado.

O solo utilizado na pesquisa apresenta percentual de argila de 60 %, portanto é um solo ideal para aplicação do lodo como foi citado anteriormente. De acordo com COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ (1997), solos muito arenosos permitem a lixiviação com mais facilidade enquanto os solos muito argilosos dificultam a drenagem. O ideal é que o solo tenha entre 35 a 60 % de argila.

O solo coletado tem pH 4,50 (quadro 7), portanto a comparação dos teores de metais encontrado no solo foi feita com os valores limites nos solos com pH menor que 7 no quadro 8. Assim sendo, o único metal pesado encontrado no solo em estudo que se apresenta acima dos limites toleráveis é o cádmio.

Como o estabelecimento de limites definitivos no Brasil necessita de um número maior de dados do que os disponíveis até o momento, os pesquisadores propuseram a adoção provisória dos limites de metais pesados preconizados pela Espanha que é um dos mais rigorosos do mundo (quadro 8). É importante frisar que este referencial é provisório, pois na medida em que mais dados referentes a dinâmica dos metais pesados no solo estiverem disponíveis, será feita uma proposta mais adequada às condições de solo e clima do país. (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997)

Quadro 8: Concentração máxima de metais pesados admissíveis no lodo e no solo para a reciclagem agrícola de acordo com as diretrizes da Espanha.

Elemento	Valores limite nos solos		Valores limite nos lodos	
	pH<7	pH>7	pH<7	pH>7
	(mg kg ⁻¹)			
Cd	1	3	20	40
Cu	50	210	1000	1750
Ni	30	112	300	400
Pb	50	300	750	1200
Zn	150	450	2500	4000
Hg	1	1,5	16	25
Cr	100	150	1000	1500

Fonte: COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997.

4.2. Caracterização Química do Lodo de Esgoto

Determinar as características físicas e químicas preliminares do lodo de esgoto é de extrema importância principalmente se o objetivo for aplicação do mesmo no solo. Esses resultados de caracterização se encontram no quadro 9.

Quadro 9: Características químicas do lodo de esgoto utilizado.

Características	Resultados^a
pH (H ₂ O)	4,84
pH (KCl)	4,60
Umidade (dag kg ⁻¹)	45,46 ± 0,23
Sólidos Voláteis (dag kg ⁻¹)	73,35 ± 0,93
Carbono Orgânico (dag kg ⁻¹)	20,13 ± 0,36
Matéria Orgânica (dag kg ⁻¹)	34,71 ± 0,62
Nitrogênio Total (dag kg ⁻¹)	1,69 ± 0,11
Relação C/N	11,91 ± 3,27
Sódio (cmol _c kg ⁻¹)	0,15 ± 0,03
Potássio (cmol _c kg ⁻¹)	0,20 ± 0,01
Cálcio (cmol _c kg ⁻¹)	32,59 ± 0,96
Magnésio (cmol _c kg ⁻¹)	0,29 ± 0,08
Acidez Potencial (cmol _c dm ⁻³)	24,01 ± 0,20
CTC potencial (cmol _c dm ⁻³)	57,24 ± 1,28
Fósforo Total (mg kg ⁻¹)	1704,54 ± 105,64
Metais Totais	
Cromo (mg kg ⁻¹)	1027,39 ± 42,74
Níquel (mg kg ⁻¹)	23,57 ± 2,40
Chumbo (mg kg ⁻¹)	45,28 ± 2,15
Cobre (mg kg ⁻¹)	80,37 ± 3,78
Zinco (mg kg ⁻¹)	262,45 ± 97,44
Cádmio (mg kg ⁻¹)	2,42 ± 0,50
Manganês (mg kg ⁻¹)	210,38 ± 5,92
Mercúrio (mg kg ⁻¹)	< 0,01 µg g ⁻¹

^a Média ± desvio padrão de 4 repetições. Valores em matéria seca, exceto pHs e umidade.

O lodo de esgoto analisado apresenta pH menor que cinco. No processo de compostagem o pH deve estar próximo da neutralidade (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997) para uma redução efetiva na absorção de metais

pesados pelas plantas quando este lodo for aplicado no solo. Portanto é importante o conhecimento preliminar do pH do lodo de esgoto com sua umidade natural.

A amostra de lodo coletada apresentou umidade de $45,46 \pm 0,23 \text{ dag kg}^{-1}$ (quadro 9) e isto pode ser devido a amostra ter sido coletada após sete meses de exposição no leito de secagem. Para a compostagem, a umidade necessária à atividade microbiana deve estar compreendida entre 55 e 65 dag kg^{-1} . Caso seja inferior a este valor a atividade biológica diminui. Se for superior, a água em excesso pode tapar os interstícios da mistura e provocar anaerobiose. (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

O teor de sólidos voláteis no biossólido é de $73,35 \pm 0,93 \text{ dag kg}^{-1}$, como apresentado no quadro 9. Os sólidos voláteis dão uma boa indicação da fração orgânica dos sólidos do lodo, bem como do nível de digestão do lodo. Em lodos não digeridos, o teor de sólidos voláteis é entre 75 e 80 dag kg^{-1} , ao passo que em lodos digeridos estes valores situam-se entre 60 e 65 dag kg^{-1} (ANDREOLI et al., 2001).

Quadro 10: Teor de nutrientes e carbono em diversos tipos de biossólidos no Brasil.

Estação	Tipo de Lodo	N	P	K	C org.	Ca	Mg
		dag kg^{-1} de matéria seca					
Barueri (SP)	Lodo ativado	2,25	1,48	0,01	21,00	7,29	
Franca (SP)	Lodo ativado	9,15	1,81	0,35	34,00	2,13	
Belém (PR)	Lodo ativado	4,19	3,70	0,36	32,10	1,59	0,60
UASB (PR)	Anaeróbio	2,22	0,67	0,95	20,10	0,83	0,30
ETE Sul (DF)	Aeróbio	5,35	1,70	0,18	62,5	2,68	0,41
Eldorado (ES)	Lagoa anaeróbia	2,00	0,20	0,04			
Mata da Serra (ES)	Lagoa facultativa primária	2,00	0,20	0,05			
Valparaíso (ES)	Lagoa de sedimentação	4,00	3,50	0,07			

Fonte: ANDREOLI et al., 2001.

O valor de carbono orgânico apresentado no lodo coletado, no quadro 9, é o mesmo comparado com o lodo anaeróbio da Estação UASB do Paraná presente no quadro 10, mostrando-se coerente ao processo de tratamento de esgoto, já que ETE

Ipanema também funciona anaerobicamente. De acordo com ANDREOLI et al. (2001) a matéria orgânica exerce importantes efeitos sobre as propriedades físicas, químicas e biológicas do solo, agindo como condicionador e contribuindo substancialmente para o crescimento e desenvolvimento das plantas.

Observando o quadro 9, notamos que o lodo de esgoto da ETE Ipanema, Ipatinga-MG, apresentou menor valor de nitrogênio total que todos os lodos de esgotos citados no quadro 10. A causa dessa diferença pode ser devido aos diferentes tratamentos sofridos por eles (alguns lodos são resíduos de processos aeróbios, outros lodos de processos anaeróbios, outros lodos são resíduos de lagoas de estabilização, etc) e também da diferença nas origens dos efluentes.

Segundo a COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ (1997), o nitrogênio é normalmente o mais valioso constituinte do lodo, sendo também o elemento ao qual as culturas apresentam maiores respostas. Ele também pode ser usado como fator limitante para a definição da dosagem máxima de lodo a ser aplicado ao solo, pois, acima de uma certa dose, o nitrogênio pode lixiviar em forma de nitratos e contaminar o lençol freático.

Como mostrado no quadro 9, a relação C/N do lodo analisado é $11,91 \pm 3,27$. A relação C/N encontrada é um indicativo que o lodo de esgoto se encontra em condições consideradas adequadas para ser adicionado ao solo como fertilizante. Durante o processo de compostagem, a razão C/N dos resíduos tende a decrescer até tornar-se constante, em torno de 10 a 12. Nesse estágio diz-se que o material está curado, ou convertido em húmus (KIEHL,2001).

Em termos práticos, quanto à concentração de nutrientes, os principais são o carbono e o nitrogênio (relação C/N), cuja concentração tornar-se fator de grande importância na compostagem, pois são necessários ao crescimento dos microrganismos (PEREIRA NETO, 1987). A relação C/N indica o equilíbrio nutricional do meio e deve estar compreendida entre 20 e 30. O excesso de nitrogênio do lodo é compensado pelo resíduo estruturante que fornece carbono, mas é pobre em nitrogênio (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997). A matéria orgânica humificada apresenta sítios de carga negativa, em virtude da ionização de grupamentos fenólicos e carboxílicos. Em decorrência da ionização desses grupamentos, a matéria orgânica humificada apresenta a capacidade de adsorver cátions, íons de carga positiva, mantém um equilíbrio dinâmico de troca desses cátions com outros presentes na solução que se encontra (GOUVÊA, 1995).

HARADA e INOKO (1980), trabalhando com resíduos de animais e vegetais, registraram o aumento gradual da CTC, à medida que a decomposição desses resíduos avançava.

GUIDI (1983) reconhece que a capacidade de troca catiônica, em resíduos de lixo urbano, aumenta com o grau de maturação. Portanto, torna-se importante o conhecimento da CTC do lodo de esgoto utilizado para a compostagem.

SIQUEIRA (1988), em seus trabalhos, estimou a variação da CTC nas substâncias húmicas em valores de 300 a 1400 $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$, determinados os íons (sódio, potássio, cálcio, magnésio e alumínio) por espectrofotometria de absorção atômica. Por outro lado, KELLER (1991) estimou valores de CTC entre 200 e 500 $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$, que são mais coerentes. Observando o valor da CTC do lodo encontrado na caracterização (quadro 9), percebemos que este é bem menor que as faixas citadas.

De acordo com ANDREOLI et al (2001), o fósforo do lodo provém dos dejetos, células de microrganismos que atuam no tratamento de esgoto e detergentes e sabões que utilizam fosfatos como aditivos. Como pode ser avaliado pelo quadro 10, o lodo também é rico em P. O lodo de esgoto é rico em fósforo, com uma biodisponibilidade de 40 a 80% do total contido no material. O biossólido utilizado apresentou 1704,54 mg kg^{-1} , ou seja, 0,1705 dag kg^{-1} de fósforo disponível, aproximadamente o que apresentaram os lodos de Eldorado (ES) e Mata da Serra (ES) no quadro 10. Os solos podem apresentar de 100 a 2500 $\text{kg P}_2\text{O}_5 \text{ha}^{-1}$; todavia, a quantidade assimilável pelas plantas é extremamente baixa, normalmente entre 0,1 e 1,0 kg ha^{-1} , dada à elevada capacidade de fixação do elemento pelos solos, tanto por precipitação quanto por adsorção (ANDREOLI et al., 2001).

Os metais pesados podem, acima de certos limites, ser tóxicos para os organismos do solo, para as plantas e para o homem. O teor destes elementos nos biossólidos, em geral, é superior ao encontrado nos solos (como mostrado no quadro 8), o que se reflete na necessidade de acompanhamento constante das quantidades destes elementos aplicados ao solo, junto com os biossólidos (ANDREOLI et al., 2001).

No Brasil, a legislação que controla os limites máximos de metais pesados nos resíduos está em desenvolvimento. Segundo a COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ (1997) como o estabelecimento de limites definitivos necessita de um número muito maior de dados do que os disponíveis até o momento, os pesquisadores ligados ao

programa propuseram a adoção provisória dos limites de metais pesados preconizados pela Espanha que é um dos mais rigorosos do mundo (quadro 8).

O pH encontrado na amostra de lodo é menor que 7, portanto as comparações dos teores de metais pesados no quadro 9, foram feitas em relação aos valores limites dos teores de metais pesados no quadro 8, determinadas em pH menor que 7. Todos os metais encontrados na amostra, com exceção do cromo, estão bem abaixo dos limites toleráveis quando comparados com os valores adotados pela Espanha, para o emprego do lodo de esgoto na reciclagem agrícola. Essa alta concentração de cromo é devida a Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema receber esgoto da área industrial (ferro, aço, principalmente) além do esgoto residencial e da área comercial, mostrando-se necessário um acompanhamento nos efluentes das indústrias e um monitoramento do lodo ao ser aplicado no solo.

O laudo da pesquisa de parasitas no biossólido, feito no Laboratório de Análises Clínicas Ipatinga na data de 30 de junho de 2003, e mostra a presença de protozoários (cistos de *Entamoeba histolýtica*) e helmintos (ovos de *Ascaris lumbricoides* e *Ancýlostomideos*, e larvas de *Strongýloides stercoralis* e *Ancýlostomideos*). E quando foi adicionado 5 % de cal no lodo de esgoto, manteve-se a presença dos helmintos. Logo, é necessário um monitoramento quando este biossólido estiver sendo aplicado no solo.

Quadro 11: Teores de metais pesados obtidos na extração seqüencial de metais no lodo de esgoto coletado.

	Solúvel	Adsorvida	Óxido de Ferro e Manganês	Fração Orgânica	Residual	Soma frações
	mg kg^{-1}					
Cd	<0,05	2,35 ± 0,34	0,74 ± 0,31	0,70 ± 0,56	<0,05	3,79
Pb	2,68 ± 0,13	<0,25	3,88 ± 0,46	8,67 ± 0,44	19,65 ± 8,21	34,88
Cu	0,77 ± 0,22	<0,08	5,82 ± 0,21	72,13 ± 4,02	8,66 ± 1,59	87,38
Cr	0,98 ± 0,18	4,87 ± 0,47	395,36 ± 19,43	319,87 ± 10,93	25,88 ± 3,21	746,96
Mn	83,21 ± 1,73	11,68 ± 0,86	41,54 ± 3,74	7,55 ± 0,87	34,58 ± 9,35	178,56
Ni	0,24 ± 0,10	<0,25	6,91 ± 0,04	3,42 ± 0,19	14,44 ± 2,93	25,01
Zn	80,27 ± 3,37	25,98 ± 1,37	105,76 ± 5,21	22,22 ± 2,23	20,72 ± 12,87	254,95

* Média ± desvio padrão de 4 repetições.

Para avaliar a biodisponibilidade dos metais pesados Cd, Pb, Cu, Cr, Mn, Ni, Zn foi feita à extração seqüencial destes metais e estes resultados se encontram no quadro 11. O método de Tessier é o mais citado e utilizado na literatura entre todos os métodos de extração seqüencial. Foi criado para a determinação de metais pesados em sedimentos, mas teve o seu uso estendido para solos contaminados. Na seqüência de reagentes utilizado no método de Tessier determinam-se as seguintes frações: a trocável, a ligada a carbonatos, a ligada a óxi-hidróxidos de ferro e manganês, a ligada à matéria orgânica e a residual. Os reagentes da fração carbonato, originalmente utilizados para a solubilização de metais na forma de carbonatos presentes nos sedimentos, em solos oxidicos (intemperizados e ácidos), extraem os metais ligados eletrostaticamente aos componentes do solo e, ou, fracamente adsorvidos (LÃ et al., 2003).

Para verificar a eficiência dessa extração, foram feitas as somas das frações químicas e observou-se que estas aproximaram muito dos resultados dos teores totais dos metais (quadro 9), mostrando a eficiência do método.

Nota-se que a maior porcentagem de cádmio se encontra na fração adsorvida, enquanto o manganês na solúvel. É na fração solúvel que se encontra metais na forma de associação de precipitado metálico e na água dos poros, e sua extração baseia-se na liberação do metal na solução do solo. A fração adsorvida, biodisponível, é composta de metais, que foram removidos do material em estudo, usando-se o mecanismo de troca iônica. Esta fração permite-nos avaliar a concentração de metal que está adsorvida aos sítios por forças eletrostáticas e a disponibilidade desses metais para absorção pelas plantas.

O cromo encontra-se praticamente distribuído entre a fração ligada a óxido de Fe e Mn e a fração orgânica, que são as frações mais disponíveis. Já o cobre se apresentou em maior concentração na fração orgânica, e o zinco, na fração ligada a óxido de Fe e Mn. A fração ligada a oxi-hidróxidos de ferro e manganês é também chamada de redutível (potencialmente disponível) e sua técnica de extração é a redução. Ao contrário da fração ligada a óxidos de Fe e Mn, a fração orgânica (potencialmente biodisponível) é extraída por oxidação e sua forma de associação é o complexo, e inclui os metais ligados aos materiais húmicos.

Por último, o chumbo e o níquel se encontram em maior porcentagem na fração residual, a fração não disponível que inclui os metais pertencentes às redes cristalinas de

silicatos, a sulfetos resistentes ao ataque químico e metais ocluídos nos colóides orgânicos no processo de humificação, e por isto, relativamente estável.

Quadro 12: Extração seqüencial de fósforo (mg kg^{-1}) do bio-sólido analisado.

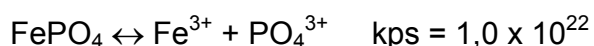
Extratos	Resultados (mg kg^{-1})
Fósforo Lábil (resina)	$0,45 \pm 0,22$
Fósforo Ligado a Óxido de Fe e Al	$345,53 \pm 35,79$
Fósforo Orgânico Lábil	$323,04 \pm 34,31$
Fósforo Ligado à Ca	$172,40 \pm 22,69$
Fósforo Residual	$239,01 \pm 27,38$
Soma das frações	1080,43

* Média \pm desvio padrão de 4 repetições.

Os resultados de extração seqüenciais de fósforo são mostrados no quadro 12, onde a soma das frações químicas foi de $1080,43 \text{ mg kg}^{-1}$ aproximando muito do fósforo total (quadro 9), mostrando a eficiência também da técnica de extração seqüencial de fósforo.

O fósforo se encontra em maior concentração nas frações orgânica e ligado a óxido de ferro e alumínio. O fósforo associado aos óxidos de ferro e alumínio é considerado moderadamente disponível, sendo o maior dreno de fósforo no solo. Isto ocorre devido ao alto teor de argila e óxido de ferro e alumínio do solo e, portanto, com alta capacidade de sorção de fósforo, que faz com que o fósforo, existente no solo ou adicionado, fique menos disponível para as plantas e microrganismos (www.ufsm.br/ppgcs/congressos/fertbio2000/fertbio2000.htm).

A extração da fração ligada a superfície de óxidos de Fe e Al, baseou-se na solubilidade dos fosfatos, onde devido à formação de compostos mais estáveis de hidróxidos de Fe e Al, há deslocamento do equilíbrio do fosfato para a dissociação:

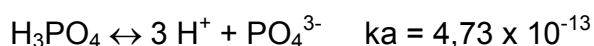
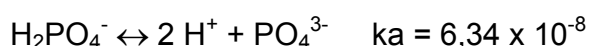
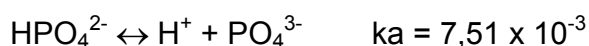


Sendo o valor de k_{ps} do $\text{Fe}(\text{OH})_3$ menor que o k_{ps} do FePO_4 , tem-se a formação do $\text{Fe}(\text{OH})_3$ e assim a dissociação do fosfato. O mesmo acontece com o alumínio, havendo a formação do complexo $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$.

O fósforo lábil é extraído por dissolução gradativa de compostos fosfatados, da fase sólida do composto para uma resina, por meio de uma solução aquosa.

A terceira etapa da extração tem como resultado o fósforo orgânico lábil. Os compostos fosfatados orgânicos que ocorrem no solo são essencialmente de três tipos: fosfolípidos, ácidos nucleicos e núcleos protéicos, e fitinas ou fosfatos de inositol, sendo estes últimos os mais importantes. Os fosfatos orgânicos são extraídos baseados primeiramente na dispersão das moléculas orgânicas pelo NaOH, onde a digestão sulfúrica desta solução, há destruição da cadeia orgânica por oxidação, em que o fósforo está ligado, ficando assim o fósforo livre na forma de fosfato.

Na fração ligada ao cálcio extrai-se o fosfato associado à Ca. A razão do meio ácido extrator da apatita (fosfato de cálcio) segue os equilíbrios citados abaixo:



A presença de H^+ desloca o primeiro equilíbrio para direita, sentido da dissociação, ficando assim o fosfato livre.

A última fração extraiu o fósforo residual, ou seja, as formas de fósforo insolúveis. Essa extração se baseou na oxidação dessas formas de fósforo, e assim a liberação desses fosfatos que estavam fortemente ligados a outras cadeias ou elementos.

4.3. Caracterização Química da 1ª e 5ª Amostras

Para a primeira (vinte dias após montagem do experimento) e a última (oito meses após montagem do experimento) amostras fez-se a caracterização química para fins agronômicos.

Quadro 13: Caracterização Química do solo incubado com doses de lodo durante 20 dias.

Amostras	Sem Calagem				Com Calagem			
	Doses de Lodo (t ha ⁻¹)				Doses de Lodo (t ha ⁻¹)			
	Dose 0	Dose 35	Dose 70	Dose 140	Dose 0	Dose 35	Dose 70	Dose 140
pH (H ₂ O)	4,81	4,15	4,11	4,34	5,63	5,31	5,05	5,30
pH (KCl)	3,98	3,94	3,91	3,99	5,09	4,76	4,75	4,85
C.O (dag kg ⁻¹)	2,68 ± 0,05	2,61 ± 0,08	2,20 ± 0,05	1,72 ± 0,16	3,63 ± 0,07	4,13 ± 0,07	3,89 ± 0,07	3,31 ± 0,06
M.O. (dag kg ⁻¹)	4,62 ± 0,09	4,50 ± 0,13	3,80 ± 0,09	2,97 ± 0,28	6,26 ± 0,11	7,11 ± 0,13	6,70 ± 0,12	5,71 ± 0,09
Acidez Potencial (cmol _c /dm ³)	8,72 ± 0,93	8,68 ± 0,94	9,44 ± 1,85	10,97 ± 1,79	3,57 ± 1,53	5,14 ± 0,75	5,01 ± 0,69	5,53 ± 0,90
Na (cmol _c /dm ³)	0,05 ± 0,02	0,05 ± 0,03	0,05 ± 0,00	0,11 ± 0,08	0,02 ± 0,00	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,07 ± 0,04
K (cmol _c /dm ³)	0,07 ± 0,01	0,08 ± 0,02	0,10 ± 0,01	0,13 ± 0,05	<7,7 x 10 ⁻⁵	<7,7 x 10 ⁻⁵	<7,7 x 10 ⁻⁵	0,03 ± 0,03
Ca (cmol _c /dm ³)	0,12 ± 0,03	1,28 ± 0,07	5,93 ± 3,01	5,48 ± 0,59	10,05 ± 1,66	12,00 ± 2,81	9,45 ± 0,57	11,81 ± 1,52
Mg (cmol _c /dm ³)	0,06 ± 0,02	0,11 ± 0,01	0,20 ± 0,01	0,29 ± 0,03	0,58 ± 0,13	1,00 ± 0,06	0,55 ± 0,05	0,55 ± 0,11
CTC (cmol _c /dm ³)	9,02 ± 0,08	10,20 ± 0,13	15,73 ± 3,03	16,97 ± 0,75	14,21 ± 1,79	18,16 ± 2,88	15,04 ± 0,63	17,99 ± 1,70

Média ± desvio padrão de 4 repetições.

Quadro 14: Caracterização Química do solo incubado com doses de lodo durante oito meses.

Amostras	Sem Calagem				Com Calagem			
	Doses de Lodo (t ha ⁻¹)				Doses de Lodo (t ha ⁻¹)			
	Dose 0	Dose 35	Dose 70	Dose 140	Dose 0	Dose 35	Dose 70	Dose 140
pH (H ₂ O)	4,12	3,85	3,91	3,93	4,58	4,43	4,40	4,33
pH (KCl)	3,70	3,67	3,71	3,71	4,30	4,21	4,22	4,20
% C.O	5,33 ± 0,65	5,02 ± 0,16	5,04 ± 0,04	4,76 ± 0,15	4,34 ± 0,28	4,20 ± 0,14	3,87 ± 0,17	3,14 ± 0,05
%M.O.	9,19 ± 1,12	8,66 ± 0,28	8,69 ± 0,07	8,20 ± 0,26	7,48 ± 0,48	7,25 ± 0,25	6,68 ± 0,30	5,42 ± 0,08
Acidez Potencial (cmol _c /dm ³)	11,84 ± 0,89	14,20 ± 0,10	14,29 ± 0,03	14,01 ± 1,42	10,39 ± 1,03	11,02 ± 1,75	11,02 ± 1,20	11,09 ± 1,81
Na (cmol _c /dm ³)	0,08 ± 0,00	0,08 ± 0,00	0,08 ± 0,01	0,09 ± 0,01	0,08 ± 0,00	0,09 ± 0,00	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01
K (cmol _c /dm ³)	0,07 ± 0,0	0,07 ± 0,01	0,07 ± 0,01	0,09 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,08 ± 0,00	0,09 ± 0,01
Ca (cmol _c /dm ³)	0,76 ± 0,42	1,67 ± 0,14	4,19 ± 0,56	8,22 ± 0,98	13,35 ± 0,65	17,44 ± 2,89	21,59 ± 0,38	24,70 ± 3,88
Mg (cmol _c /dm ³)	0,43 ± 0,29	0,41 ± 0,10	1,10 ± 0,11	1,32 ± 0,37	1,15 ± 0,85	1,28 ± 0,07	0,70 ± 0,12	0,95 ± 0,18
CTC (cmol _c /dm ³)	13,18 ± 1,60	16,43 ± 0,35	19,73 ± 0,72	23,73 ± 2,79	25,05 ± 2,54	29,91 ± 2,26	33,41 ± 1,71	36,85 ± 5,89

Média ± desvio padrão de 4 repetições.

Comparando as duas amostragens verifica-se um aumento de carbono orgânico, e em consequência, da matéria orgânica; também um aumento da acidez potencial e da CTC, e uma redução de pH.

Segundo SIMONETE (2001) a matéria orgânica, embora represente menos de 5 % dos componentes sólidos na maioria dos solos, é responsável por cerca de 30 % a 65 % da capacidade de troca catiônica (CTC) dos solos minerais e mais de 50 % em solos arenosos e orgânicos.

Vários autores têm demonstrado alterações nas propriedades químicas do solo devido á aplicação do lodo de esgoto (STARK e CLAPP, 1980; SIMEONI et al., 1984; BERTON et al., 1989; PIETZ et al., 1989; DOWDY et al., 1991; MELO et al., 1994; SILVA, 1995; LOGAN et al., 1997; SILVA et al., 1998; OLIVEIRA, 2000).

BERTON et al (1989), trabalhando em condições de casa-de-vegetação com amostras de cinco solos paulistas acrescidos de doses equivalentes a 0, 40.000 e 80.000 t ha⁻¹ (base seca) de lodo, observaram que a ação inicial do lodo de esgoto foi elevar o pH dos cinco solos, reduzindo ou anulando os teores de Al. Constataram, também incrementos nos teores de matéria orgânica e de Ca, Mg, K e P para todas as doses utilizadas, em ambos os solos estudados.

PIETZ et al. (1989) e DOWDY et al. (1991) verificaram que alguns lodos de esgoto podem acidificar o solo. Estes pesquisadores atribuíram a acidificação às reações de nitrificação do nitrogênio amoniacal, a provável oxidação de sulfitos e a produção de ácidos orgânicos durante a degradação do resíduo.

Para a CTC, alguns trabalhos têm demonstrado acréscimos em seus valores com a adição de lodo de esgoto (SIMEONI et al., 1984; MELO et al., 1994; SILVA, 1995). De acordo com SIMONETE (2001), diversas dúvidas ainda permanecem sobre a real contribuição do resíduo na capacidade de incrementar a CTC nos solos de região de clima tropical. Pois, trata-se de solos com cargas, praticamente, dependentes de pH. Portanto, o incremento da CTC dos solos tratado com lodo deveria estar associado à elevação do pH. SIMONETE (2001), atribui o aumento da CTC ao aumento do carbono orgânico.

MELO et al (1994) verificaram que a aplicação de lodo na dose de 32 t ha⁻¹ (com 32 dag kg⁻¹ de umidade) em Latossolo Vermelho distrófico promoveu aumento significativo na CTC e no teor de carbono orgânico do solo, avaliados até 473 dias após a aplicação do resíduo. De forma concordante, SILVA (1995), aplicando doses de 0, 20 e 40

Mg ha⁻¹ (com 62 dag kg⁻¹ de umidade) de lodo de esgoto em podzólico vermelho-amarelo, observou aumentos na CTC do solo. Nestes trabalhos, além dos lodos utilizados terem sido tratados com cal, a CTC foi calculada pela soma de bases, podendo estar sendo superestimada pelos altos teores de Ca adicionados via lodo de esgoto. O mesmo não pode ser justificativa para este trabalho, pois os solos sem aplicação de calcário também tiveram um aumento significativo na CTC.

4.4. Análise Estatística

Os valores de concentração de metais pesados e fósforo obtidos nas extrações sequenciais foram analisados estatisticamente pela análise de variância e análise de regressão aos níveis de significância a 5 % e 1 % de probabilidade respectivamente.

4.4.1. Cádmi

Pelo quadro de análise de variância (quadro 15), pode-se notar que apenas a fração residual não é influenciada pela adição de calcário. Nas outras frações, solúvel, adsorvido, ligado a óxidos de ferro e manganês, e a fração orgânica, quando que se adiciona o calcário, a concentração de cádmio aumenta.

Ainda segundo a análise de variância, somente na fração adsorvida, a concentração de cádmio não sofre influência das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com calagem, e também não sofre efeito do período de incubação nas doses de zero e 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem.

A concentração de cádmio sofre efeito das doses aplicadas só ao nível de 5% de probabilidade nas frações orgânica e residual no solo com e sem calagem, enquanto que nas outras frações, esse efeito ocorre ao nível de 5 e 1 % de probabilidade.

Quadro 15: Análise de variância do teor de cádmio nas cinco frações: solúvel (Cd 1), adsorvida (Cd 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cd 3), orgânica (Cd 4) e residual (Cd 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Cd 1	Cd 2	Cd 3	Cd 4	Cd 5
REP	3	0,041509**	0,098163 ^{ns}	0,003492 ^{ns}	0,009738 ^{ns}	0,051146 ^{ns}
CAL	1	10,47582**	4,854895**	0,404264**	0,052242*	0,837229 ^{ns}
DL d/cal 0	3	0,536777**	1,698727**	0,023656**	0,038404*	1,100481*
DL d/cal 1	3	0,677964**	0,062261 ^{ns}	0,116743**	0,027820*	1,040072*
Resíduo (a)	21	0,007669	0,093589	0,003696	0,008904	0,290894
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,027035**	0,010084 ^{ns}	0,094623**	0,146753**	19,48267**
PI d/DL 35 d/cal 0	4	0,136455**	0,039716 ^{ns}		0,201867**	17,62587**
PI d/DL 70 d/cal 0	4	0,574087**	1,612650**		0,284443**	18,21083**
PI d/DL 140 d/cal 0	4	0,965929**	5,711129**		0,361164**	18,70967**
PI d/DL 0 d/cal 1	4	1,604447**	4,588124**	0,015613**	0,145329**	23,76251**
PI d/DL 35 d/cal 1	4	2,049594**	4,789076**	0,120726**	0,072468**	18,88440**
PI d/DL 70 d/cal 1	4	3,266825**	4,628394**	0,739309**	0,163781**	20,02331**
PI d/DL 140 d/cal 1	4	3,128911**	4,821676**	0,429078**	0,100937**	15,12307**
Resíduo (b)	96	0,007458	0,086617	0,003652	0,008022	0,445900
C.V. (a) (%)		17,685	68,413	90,117	87,241	9,541
C.V. (b) (%)		17,435	65,816	89,585	82,808	11,812

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Nos tratamentos sem aplicação de cal, a concentração de cádmio nas diferentes frações sofreu influência das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, exceto nas frações adsorvida e residual.

Na fração solúvel houve um aumento da concentração do metal em função do aumento das doses de bio sólido aplicado, como mostrado nas figuras 2 (a). Já na fração ligada a óxido de ferro e manganês (figura 2 (b)), a concentração de cádmio diminuiu à medida que se aumentou a dose de lodo de esgoto no solo até 100 t ha^{-1} . Para a fração orgânica, figura 2(c), a concentração de cádmio aumentou em função do aumento da dose de lodo aplicada até a dose máxima de $90,9 \text{ t ha}^{-1}$, e a partir de então a concentração do metal começou a diminuir.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática para os efeitos das doses de lodo de esgoto aplicadas nos solos sem aplicação de calcário, e estas equações de regressão se encontram na figura 2.

Também nos tratamentos com aplicação de calcário, figura 3, a concentração de cádmio sofreu efeito do aumento das doses aplicadas e as equações de regressão que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática. As únicas frações que não tiveram influência deste efeito foram às frações adsorvida e orgânica.

A concentração de cádmio aumentou em função do aumento das doses de lodo de esgoto aplicada no solo com calagem na fração solúvel (figura 3(a)). Na fração ligada a óxido de ferro e manganês (figura 3(b)), a concentração do metal se elevou até aproximadamente $0,1952 \text{ mg kg}^{-1}$ com aumento da dose máxima de bio sólido aplicada 110 t ha^{-1} , logo após decaiu com aumento da dose para 140 t ha^{-1} . Já na fração residual (figura 3(c)), a concentração de cádmio decaiu em função do aumento da dose de lodo de esgoto até 60 t ha^{-1} e depois a concentração do metal aumentou até a dose máxima estudada.

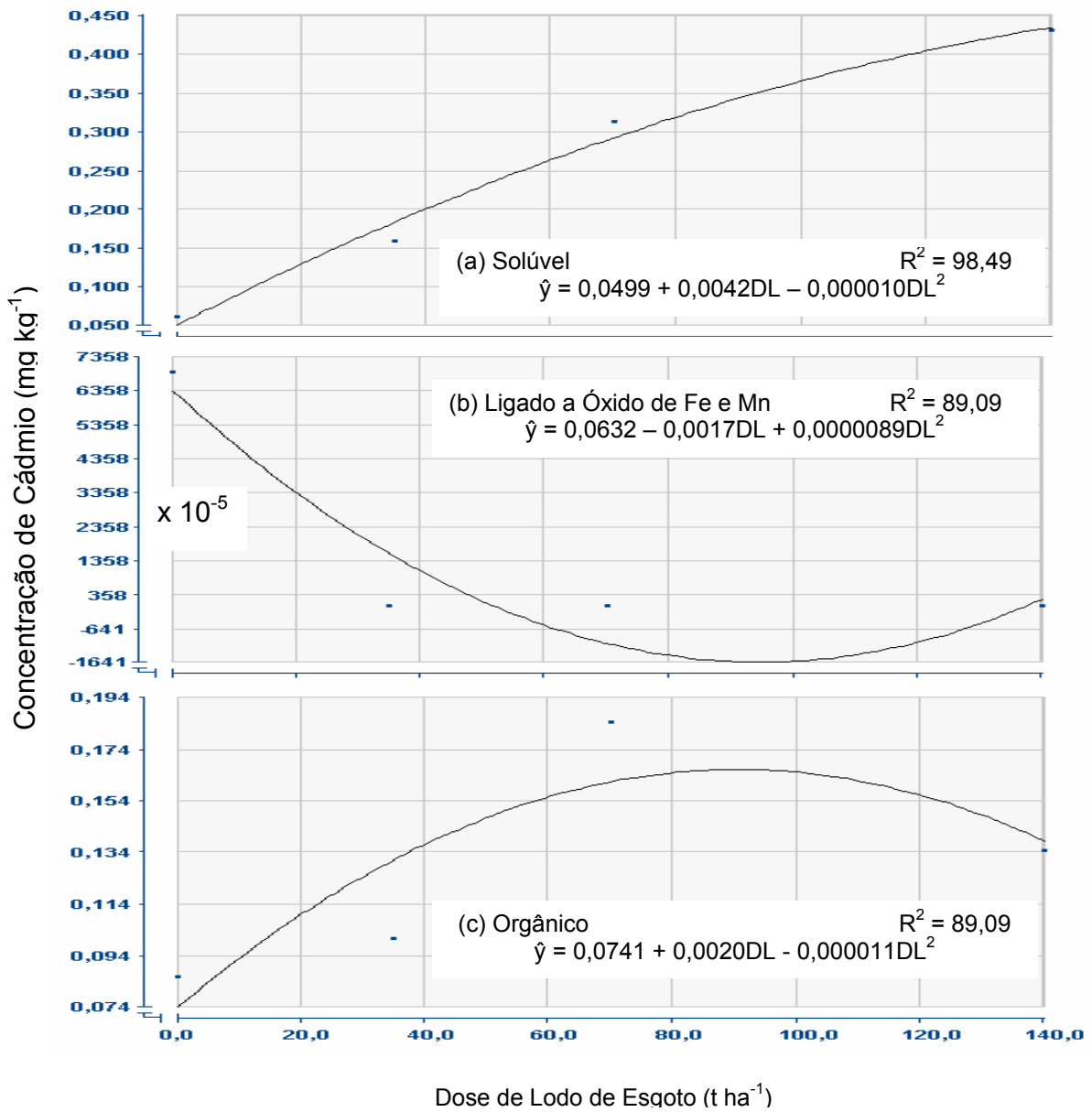


Figura 2: Estimativa da concentração de cádmio e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), ligado a óxido de ferro e manganês (b) e fração orgânica (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **sem** calagem.

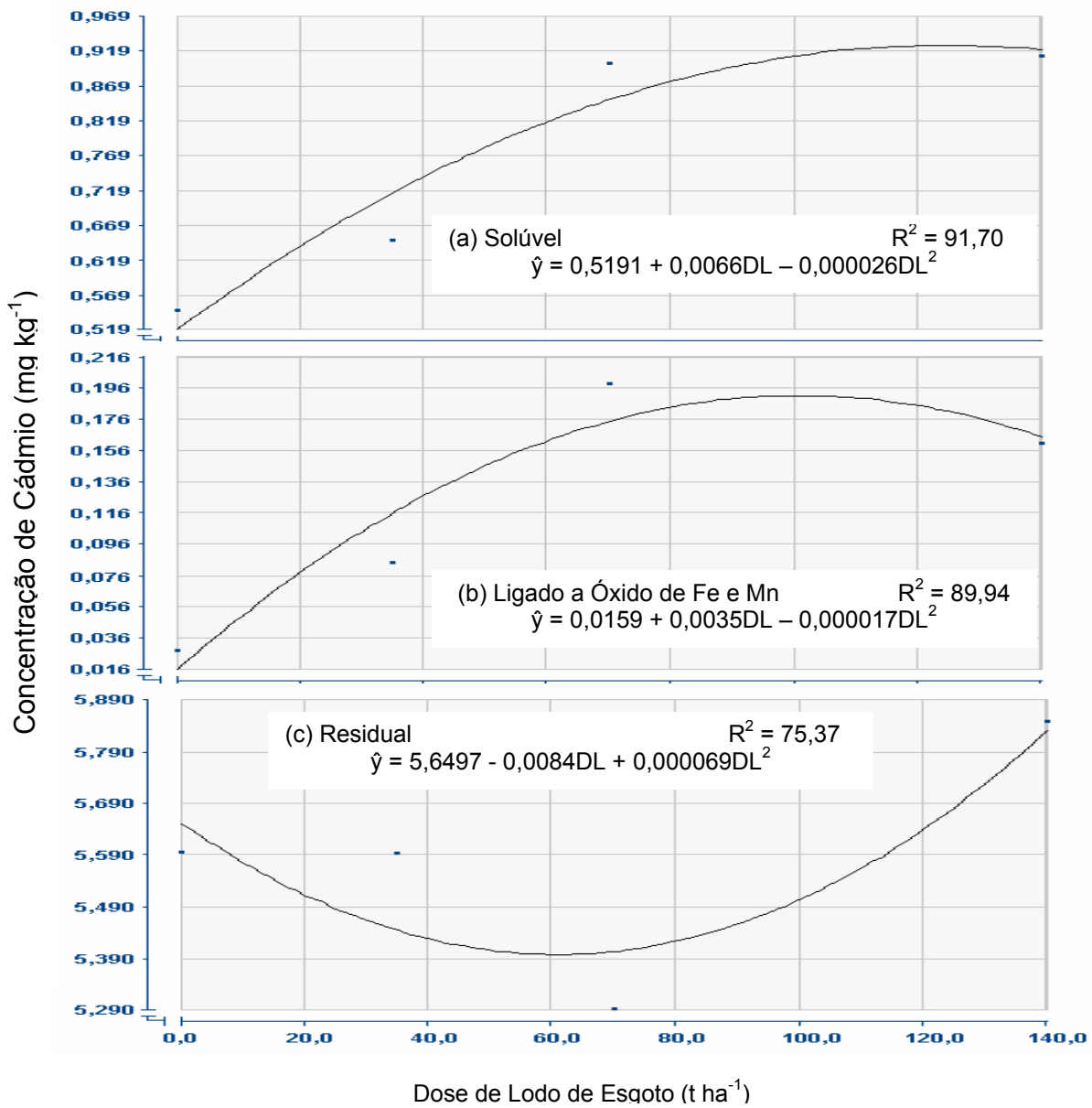


Figura 3: Estimativa da concentração de cádmio e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), ligada a óxidos de ferro e manganês (b) e fração residual (c) em função das doses de lodo aplicado no solo **com** calagem.

O que se pode observar também é que a fração residual extraiu mais o metal que as outras frações, ou seja, é nesta fração que se encontra a maior concentração de cádmio.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose de biossólido tanto no solo com e sem calagem, as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo. Essas equações de regressão se encontram nos gráficos das figuras 4 a 8 dos solos sem calagem e das figuras 9 a 13 dos solos com aplicação de calcário.

Na fração solúvel (figura 4), na dose zero de lodo de esgoto aplicada, a concentração diminui em função do aumento do período de incubação, diferentemente do que aconteceu nas outras doses. Nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹, a concentração do metal aumentou durante 170 dias de incubação e a partir daí a concentração diminuiu com o aumento do tempo de incubação para 240 dias.

Para a fração adsorvida (figura 5), na dose zero, no geral, a concentração do metal permaneceu constante, abaixo do limite de detecção do aparelho, durante todo o período de incubação estudado. Na dose 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, a concentração de cádmio aumenta durante os 180 dias de incubação e nos últimos dias a concentração diminui. O comportamento nas doses 70 e 140 t ha⁻¹ é o mesmo, a concentração do íon diminuiu nos primeiros (95 dias) e últimos (45 dias) dias de incubação.

Na figura 6, da fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração do metal permaneceu abaixo do limite de detecção do aparelho em todas as doses, exceto na dose zero em que a concentração do íon foi diminuiu nos primeiros 120 dias de incubação e nos últimos 20 dias.

Já a fração orgânica (figura 7), apresenta dois comportamentos contrários, um nas doses zero e 35, e outro nas doses 70 e 140 t ha⁻¹. Nas doses zero e 35 t ha⁻¹, a concentração de cádmio diminuiu com aumento do período de incubação nos primeiros 120 dias e nos últimos 40 dias de incubação. Já nas outras duas doses essa diminuição da concentração do metal aconteceu no intervalo de 70 a 200 dias de incubação.

O que se observa na fração residual (figura 8), é o mesmo comportamento em todas as doses de lodo de esgoto aplicadas no solo. A concentração do íon diminuiu com aumento do período de incubação no intervalo de 80 a 220 dias de incubação.

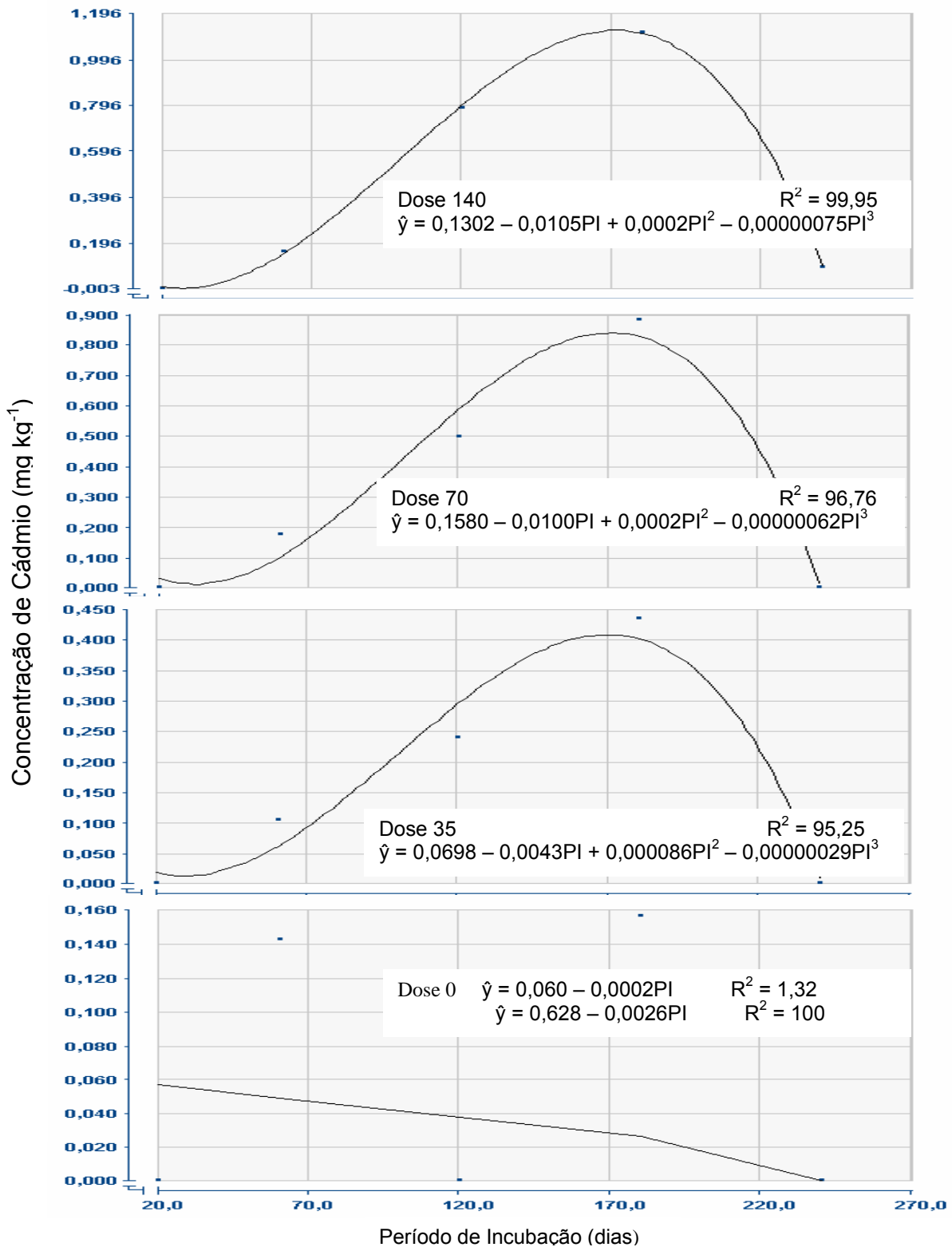


Figura 4: Estimativa da concentração de cádmio na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

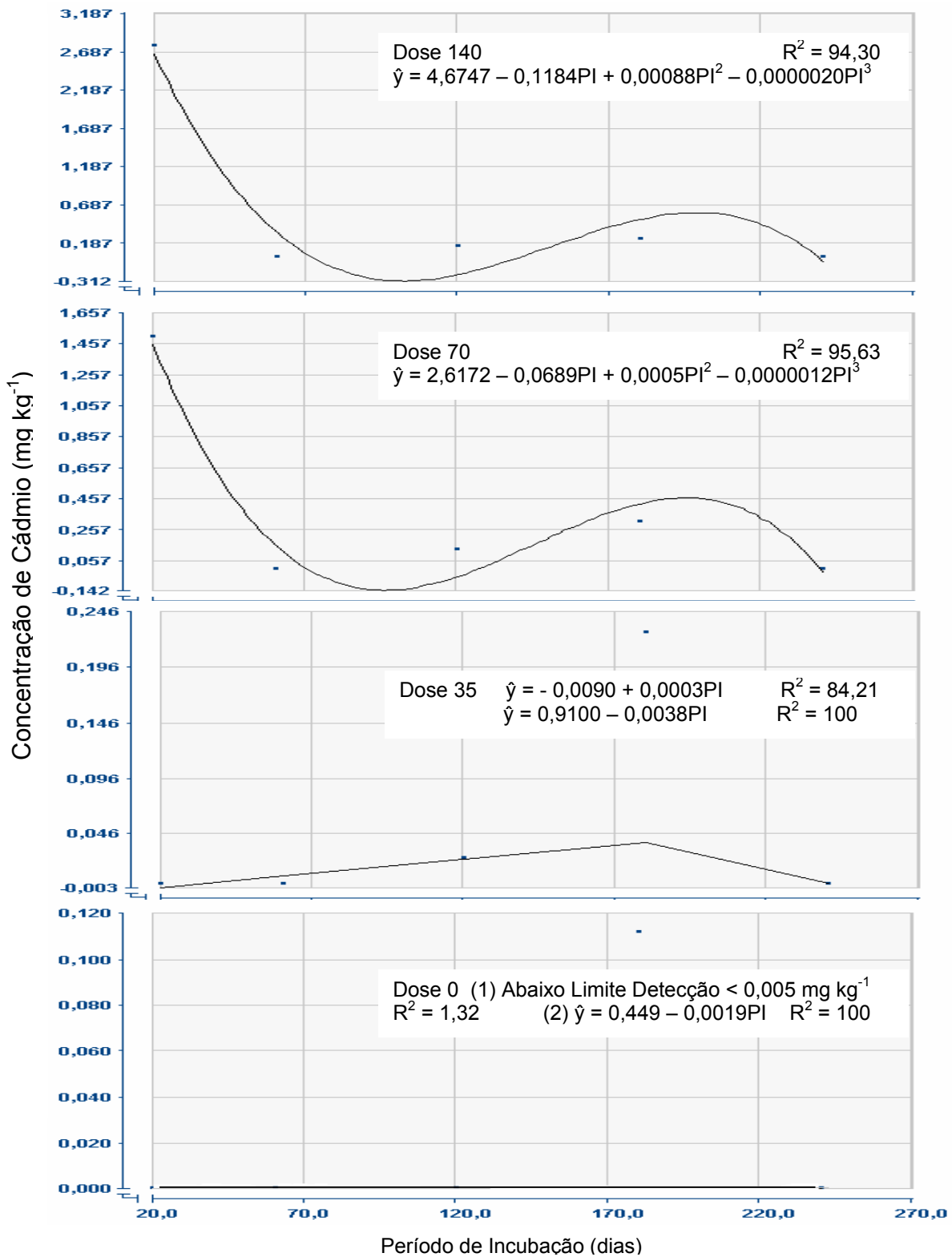


Figura 5: Estimativa da concentração de cádmio na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

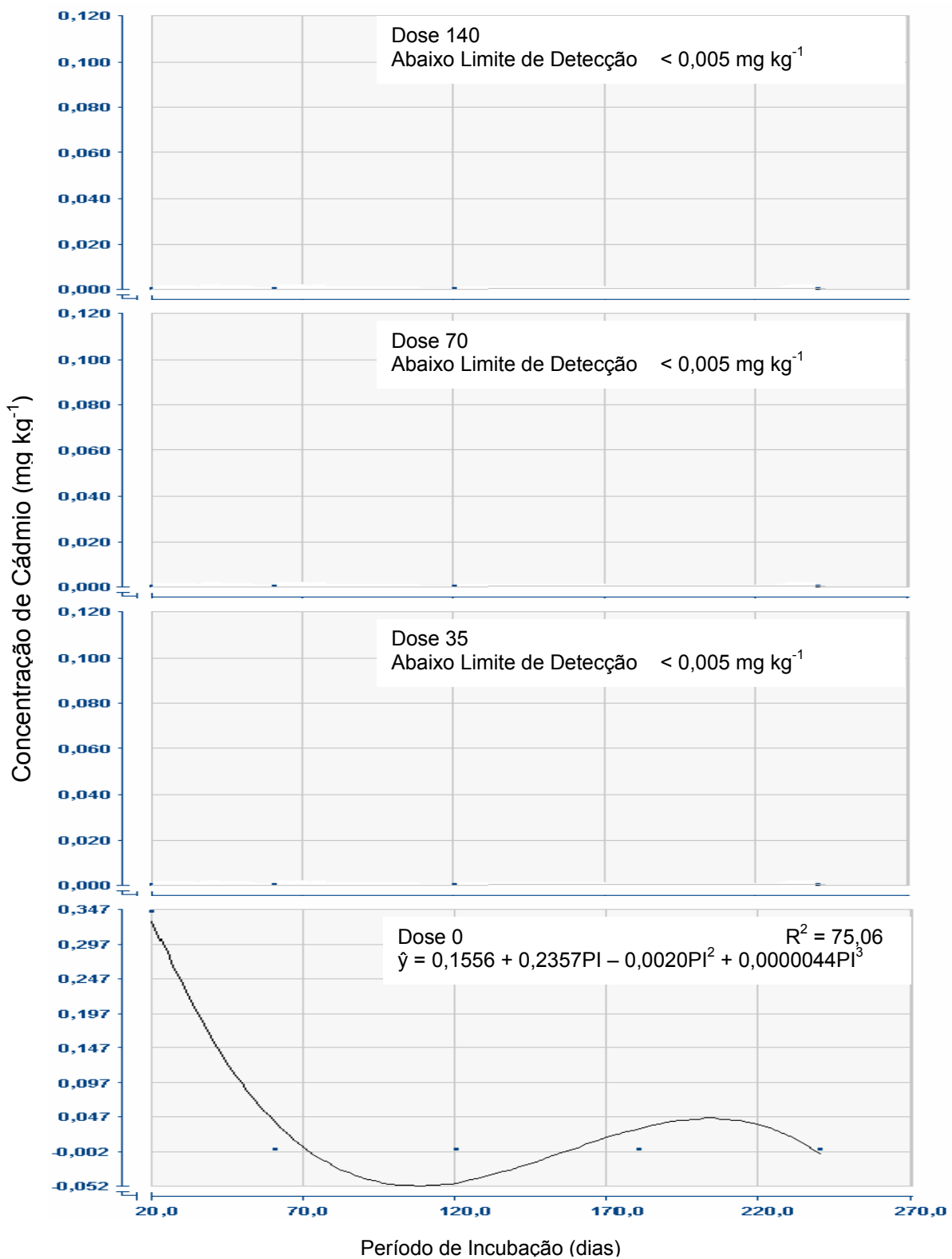


Figura 6: Estimativa da concentração de cádmio na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

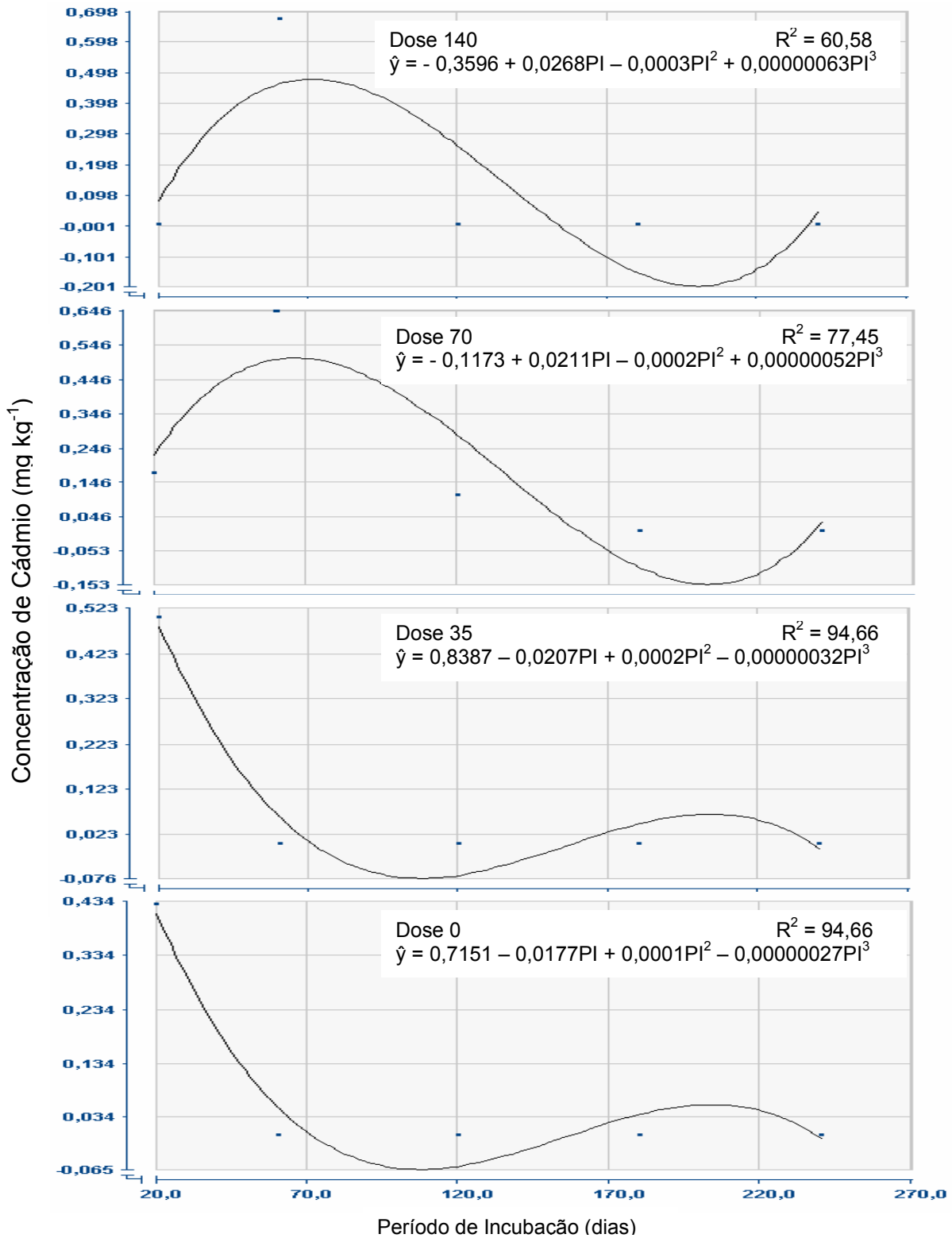


Figura 7: Estimativa da concentração de cádmio na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

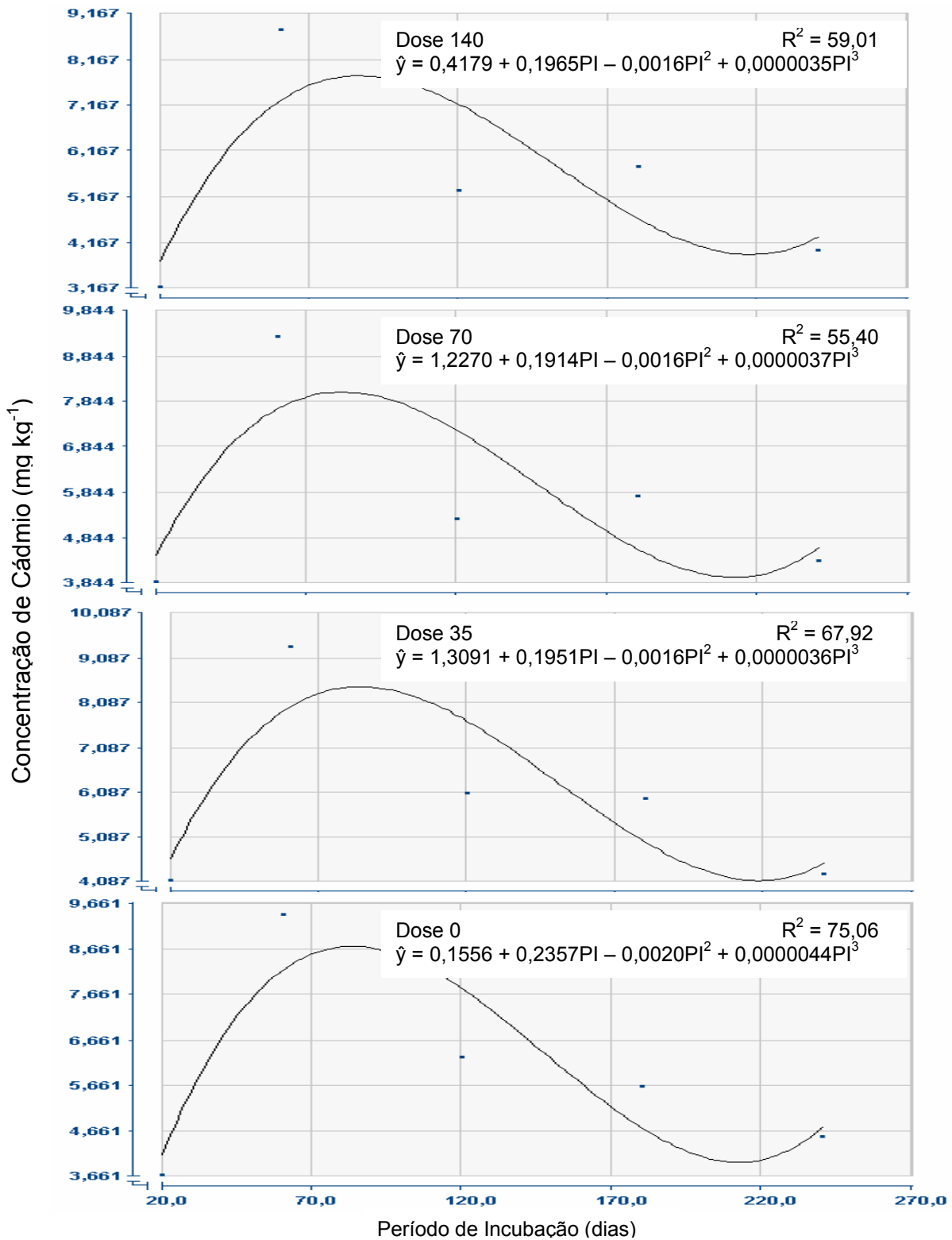


Figura 8: Estimativa da concentração de cádmio na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Nota-se, então, como o sistema é fechado (sem perda por lixiviação) uma migração do íon cádmio para a fração residual, pois nos últimos dias de incubação a concentração do metal aumentou nesta fração, enquanto nas outras frações (solúvel, adsorvida e orgânica) neste mesmo período a concentração do cádmio diminuiu. Sendo que nas doses 70 e 140 t ha⁻¹ a concentração de cádmio na fração orgânica também aumentou, mostrando uma migração para esta fração nestas doses.

Nos solos com adição de calcário (figuras 9 a 13), cada fração apresentou o mesmo comportamento nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas em todo o período de incubação estudado. Apenas a fração ligada a óxido de ferro e manganês teve um comportamento diferente na dose zero de biossólido.

Observa-se então uma migração do íon cádmio para a fração orgânica, pois nos últimos 20 dias de incubação a concentração do metal aumentou nesta fração, enquanto nas outras frações (solúvel, adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn e residual) neste mesmo período a concentração do cádmio diminuiu.

Nota-se também que a fração residual (não-disponível) extraiu maior concentração de cádmio que as outras frações, mostrando a tendência do íon se estabilizar quando o lodo de esgoto é aplicado no solo, pois a maior concentração de cádmio encontrada no biossólido estava na fração adsorvida considerada disponível.

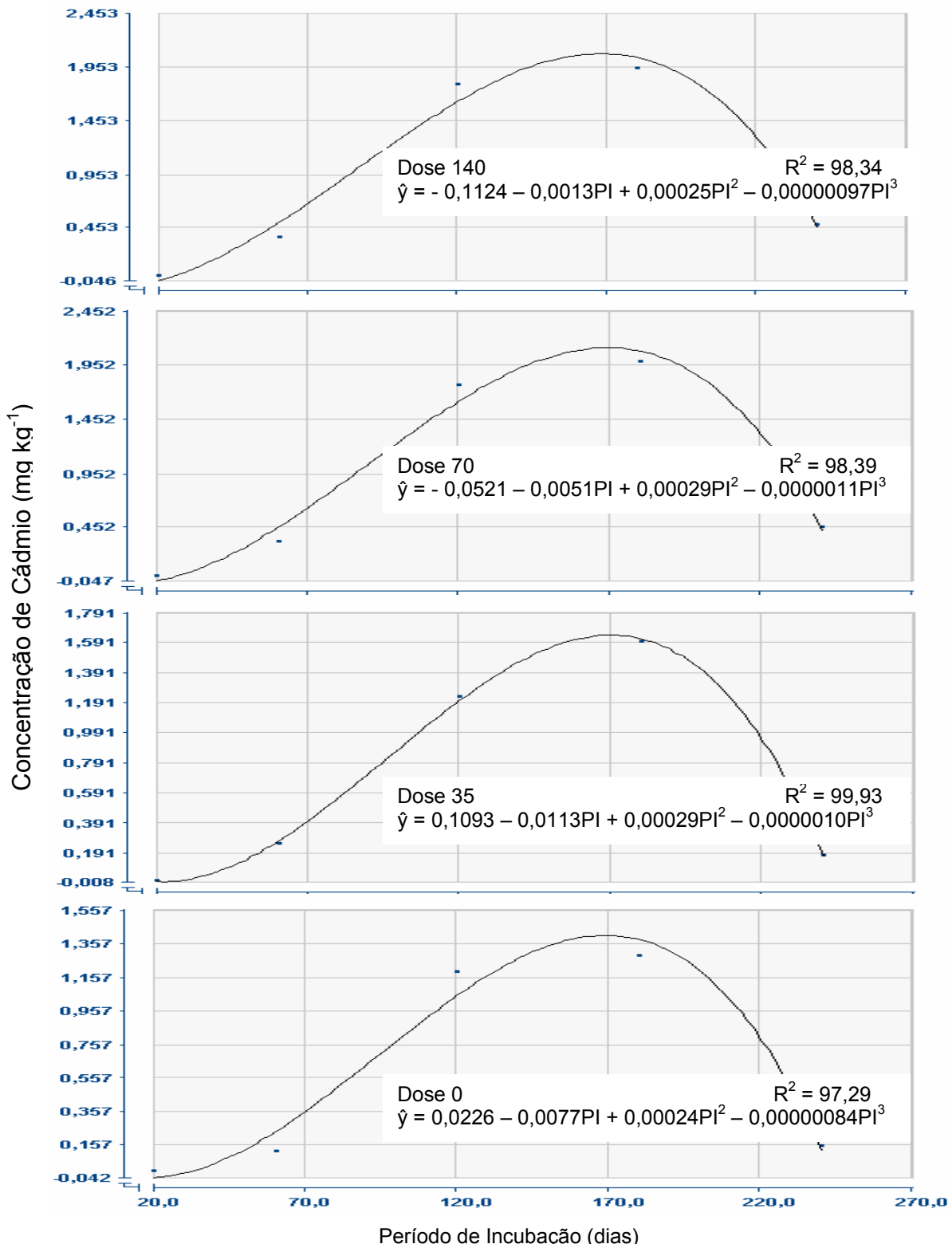


Figura 9: Estimativa da concentração de cádmio na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

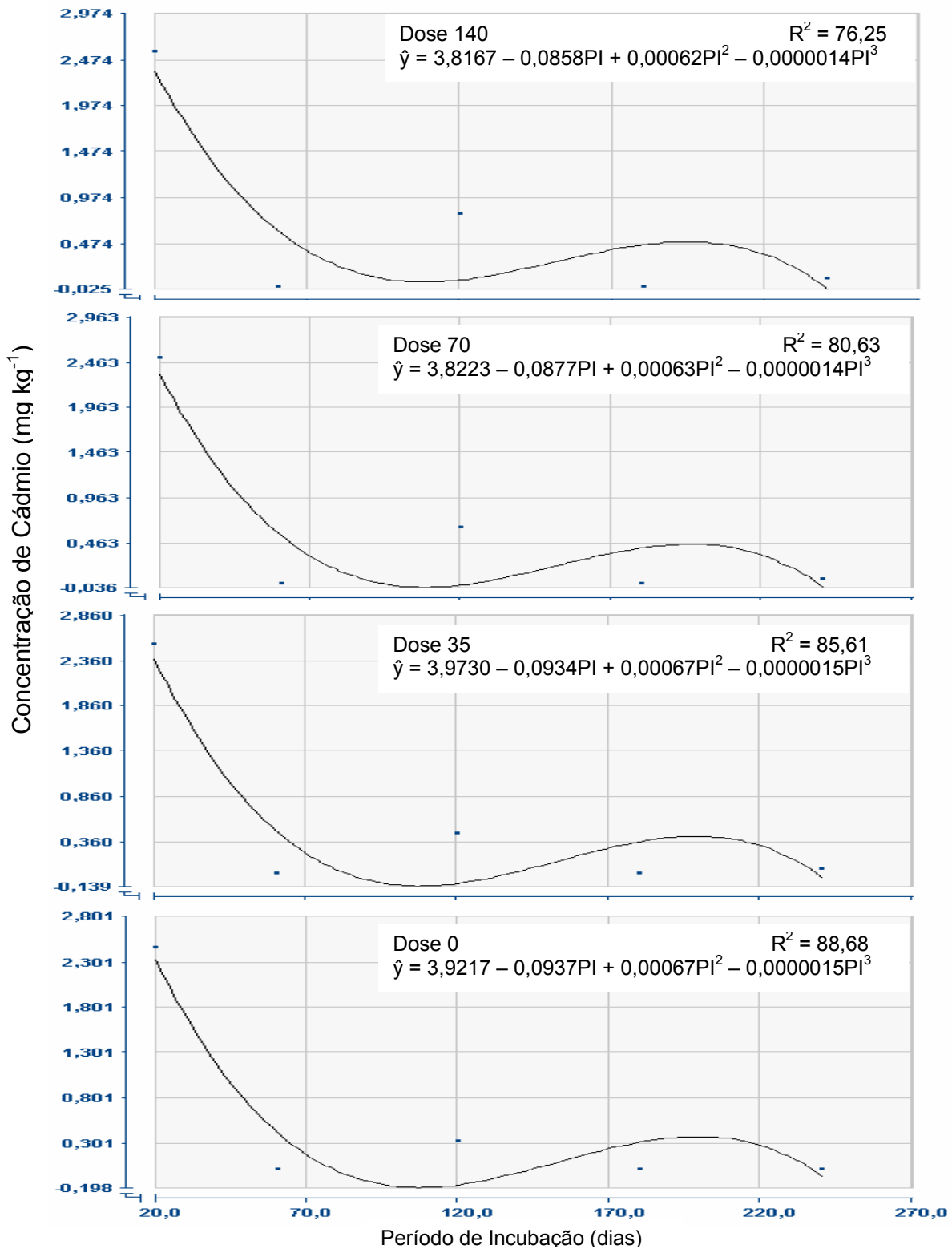


Figura 10: Estimativa da concentração de cádmio na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

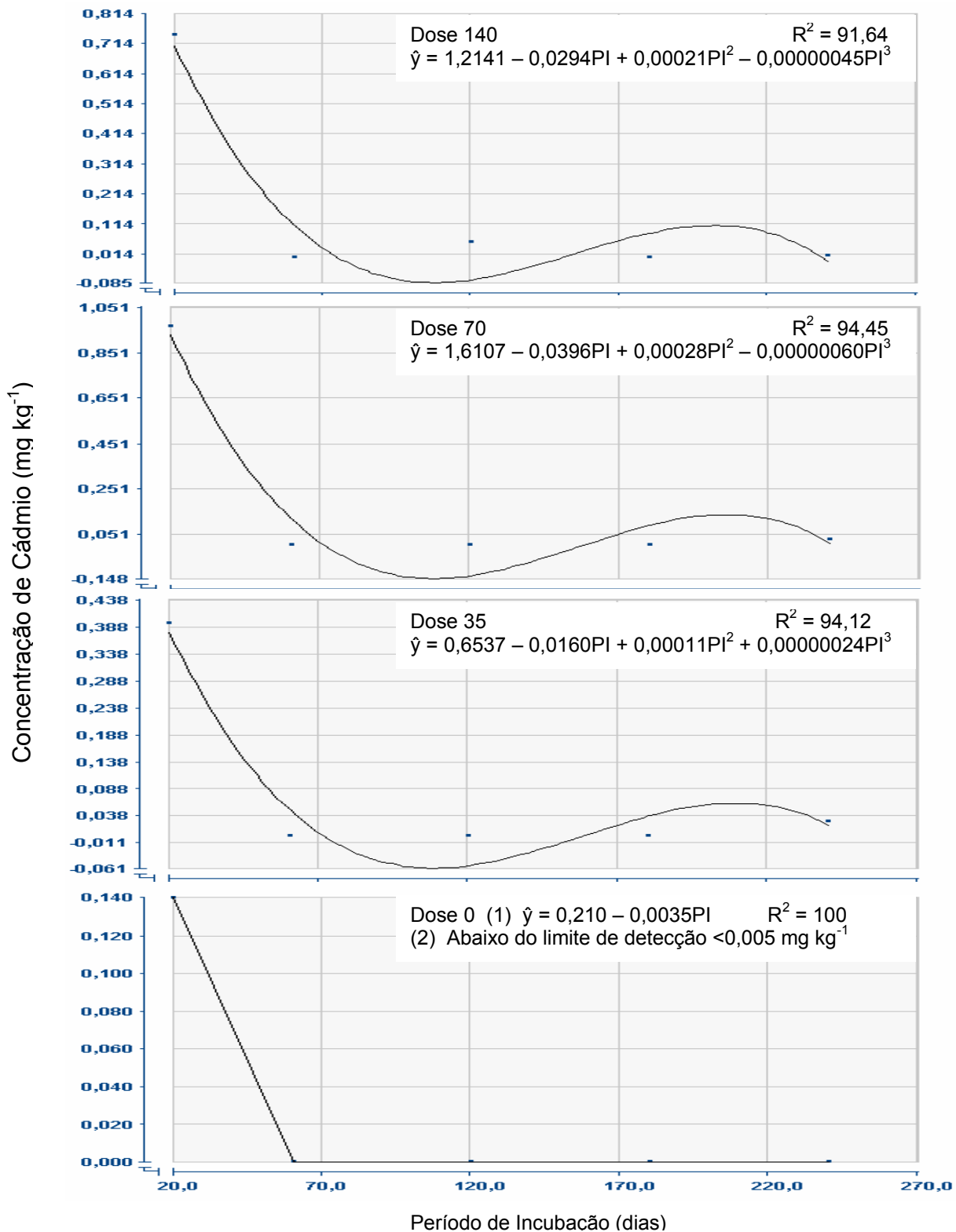


Figura 11: Estimativa da concentração de cádmio na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

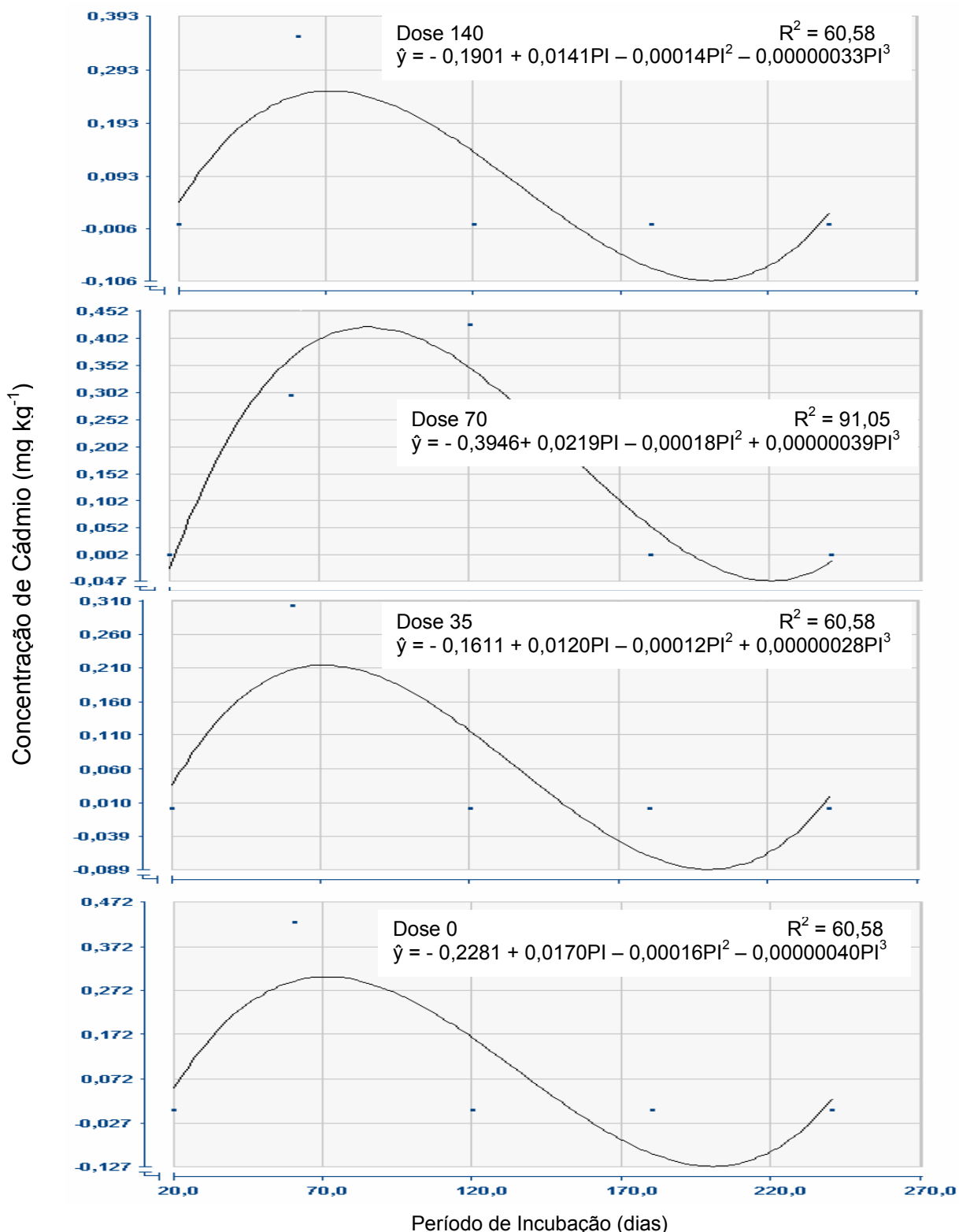


Figura 12: Estimativa da concentração de cádmio na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

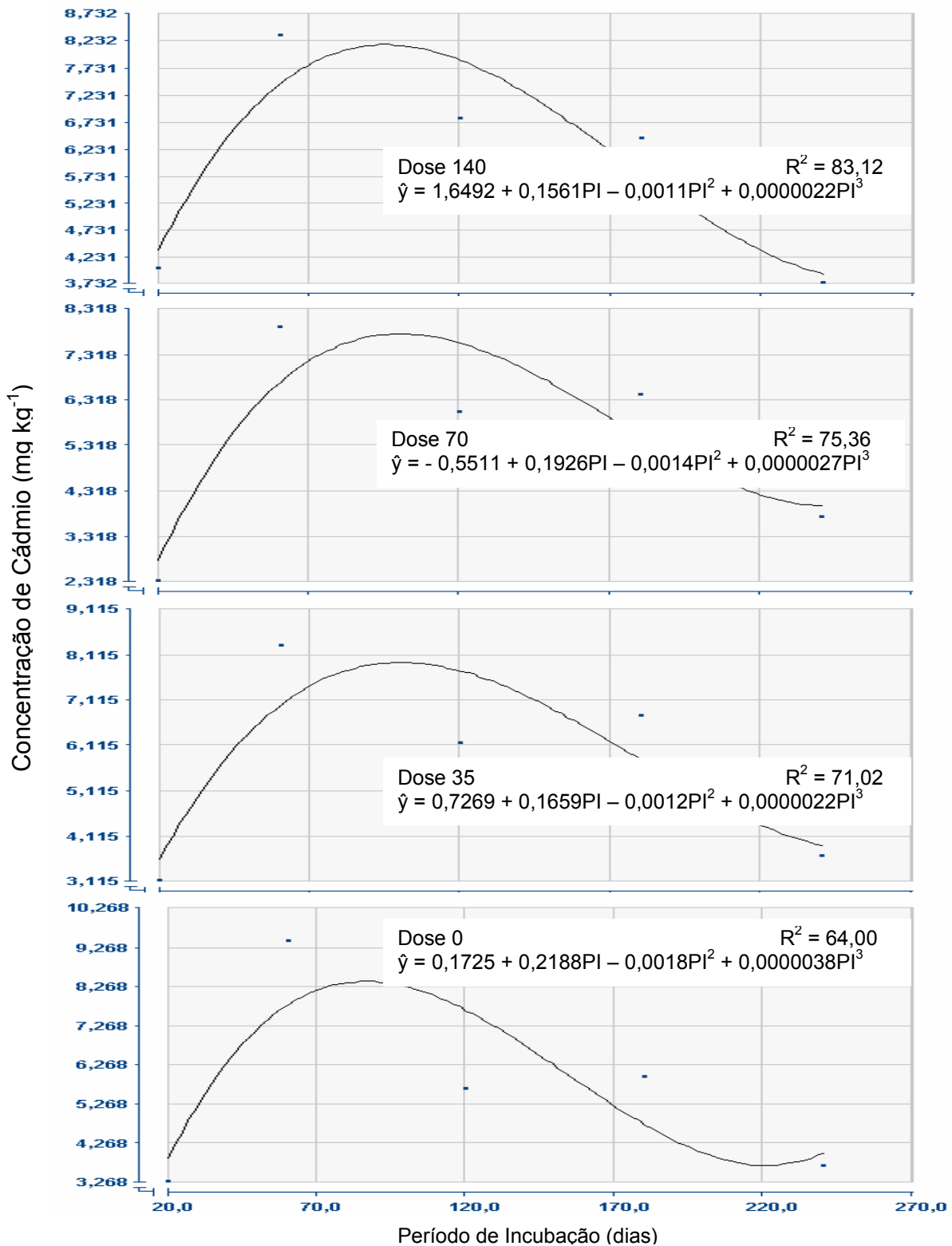


Figura 13: Estimativa da concentração de cádmio na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

4.4.2. Chumbo

Pelo quadro de análise de variância (quadro 16), pode-se notar que apenas a fração ligada a óxido de Fe e Mn não é influenciada pela adição de calcário e só na fração residual, o efeito da calagem é significativo somente ao nível de 5% de probabilidade. Nas frações solúvel, adsorvido, orgânica e residual, quando que se adiciona o calcário, a concentração de chumbo aumenta.

Ainda segundo a análise de variância, na fração orgânica, a concentração de chumbo não sofre influência das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem. E o mesmo acontece na fração residual do solo com calagem.

A fração orgânica na dose zero de biossólido no solo com e sem calagem, a concentração de chumbo foi abaixo do limite de detecção do espectrofotômetro de absorção atômica durante todo o período de incubação estudado.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 16, não foi significativo na fração orgânica na dose 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem, e na fração residual na dose 140 t ha⁻¹ do solo sem calagem e nas doses zero e 35 t ha⁻¹ do solo com calagem. A concentração de chumbo sofreu efeito do período de incubação somente ao nível de 5% de probabilidade nas frações solúvel (dose zero t ha⁻¹ do solo sem calagem) e residual (doses 70 e 140 t ha⁻¹ do solo com calagem), enquanto que nas outras frações, esse efeito ocorre ao nível de 5 e 1 % de probabilidade.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Nos tratamentos sem aplicação de cal, a concentração de chumbo nas diferentes frações sofreu influência das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, exceto nas frações ligada a óxido de Fe e Mn e orgânica.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática para os efeitos das doses de lodo de esgoto aplicadas nos solos com e sem aplicação de calcário, e estas equações de regressão se encontram nas figuras 14 e 15.

Quadro 16: Análise de variância do chumbo nas cinco frações: solúvel (Pb 1), adsorvida (Pb 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Pb 3), orgânica (Pb 4) e residual (Pb 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Pb 1	Pb 2	Pb 3	Pb 4	Pb 5
REP	3	0,303888 ^{ns}	0,020894 ^{ns}	0,029059 ^{ns}	0,000748 ^{ns}	87,77611 ^{ns}
CAL	1	22,33866 ^{**}	456,2996 ^{**}	0,040563 ^{ns}	0,219224 ^{**}	512,3405 [*]
DL d/cal 0	3	1,849711 ^{**}	0,382446 ^{**}	0,433926 ^{**}	0,023471 ^{ns}	432,5433 ^{**}
DL d/cal 1	3	2,510740 ^{**}	0,162728 ^{**}	0,565507 ^{**}	0,117508 ^{**}	179,2826 ^{ns}
Resíduo (a)	21	0,108366	0,027004	0,028110	0,013179	67,27349
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,226494 [*]	0,813946 ^{**}	3,427825 ^{**}		711,8001 ^{**}
PI d/DL 35 d/cal 0	4	0,996592 ^{**}	0,346605 ^{**}	4,486209 ^{**}	0,002977 ^{ns}	1266,516 ^{**}
PI d/DL 70 d/cal 0	4	4,050164 ^{**}	0,372623 ^{**}	6,226943 ^{**}	0,102965 ^{**}	462,1710 ^{**}
PI d/DL 140 d/cal 0	4	5,110429 ^{**}	4,058087 ^{**}	10,29511 ^{**}	0,061876 ^{**}	28,55314 ^{ns}
PI d/DL 0 d/cal 1	4	6,432316 ^{**}	274,5478 ^{**}	5,167677 ^{**}		118,9030 ^{ns}
PI d/DL 35 d/cal 1	4	13,05225 ^{**}	267,8906 ^{**}	6,384778 ^{**}	0,357085 ^{**}	41,66994 ^{ns}
PI d/DL 70 d/cal 1	4	13,25328 ^{**}	240,2985 ^{**}	6,455508 ^{**}	0,301175 ^{**}	182,7823 [*]
PI d/DL 140 d/cal 1	4	25,01453 ^{**}	216,5155 ^{**}	9,063337 ^{**}	0,643426 ^{**}	208,4858 [*]
Resíduo (b)	96	0,090710	0,029238	0,040267	0,011625	59,33942
C.V. (a) (%)		35,007	8,175	26,658	159,646	26,065
C.V. (b) (%)		32,029	8,506	31,906	149,940	24,480

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

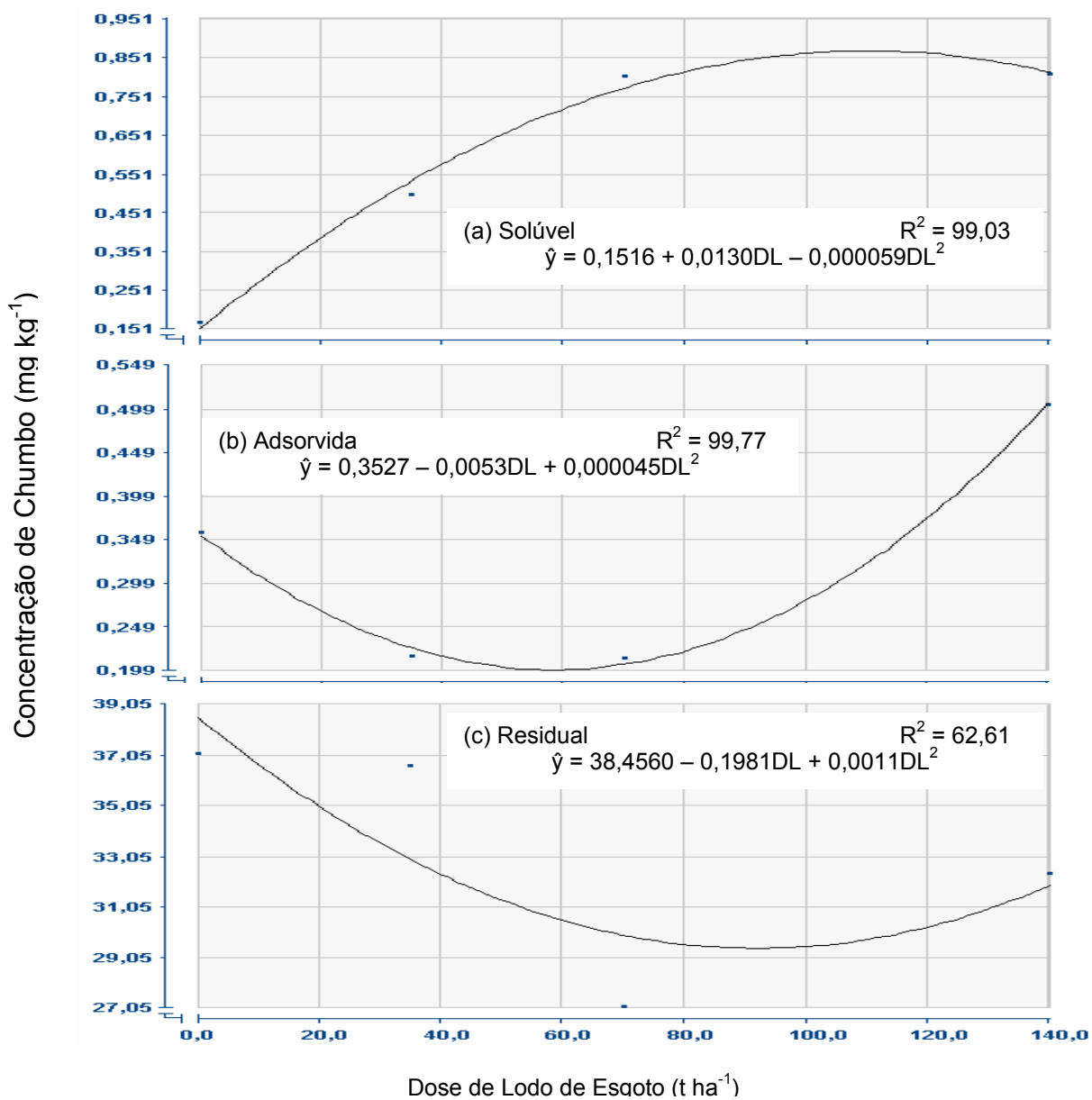


Figura 14: Estimativa da concentração de chumbo e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), adsorvida (b) e fração residual (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **sem** calagem.

Na fração solúvel, a concentração de chumbo aumentou em função do aumento das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem até a dose de 116 t ha⁻¹, acima dessa dose a concentração do metal diminuiu, como mostrado na figura 14(a). Na figura 14(b), fração adsorvida, a concentração de chumbo diminuiu quando se aumentou as doses de biossólido até 60 t ha⁻¹, após essa dosagem a concentração do metal se elevou com aumento das doses até a dose máxima aplicada. Já na figura 14(c), fração residual, a concentração do metal diminuiu em função do aumento das doses de biossólido aplicada até 93 t ha⁻¹, após essa dosagem a concentração do metal passou a aumentar.



Figura 15: Estimativa da concentração de chumbo e sua respectiva equação de regressão na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

Nos tratamentos com aplicação de cal, a concentração de chumbo sofreu influência das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo somente na fração ligada a óxido de Fe e Mn (figura 15). Nesta fração, a concentração de chumbo aumentou em função do aumento das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 16 a 25.

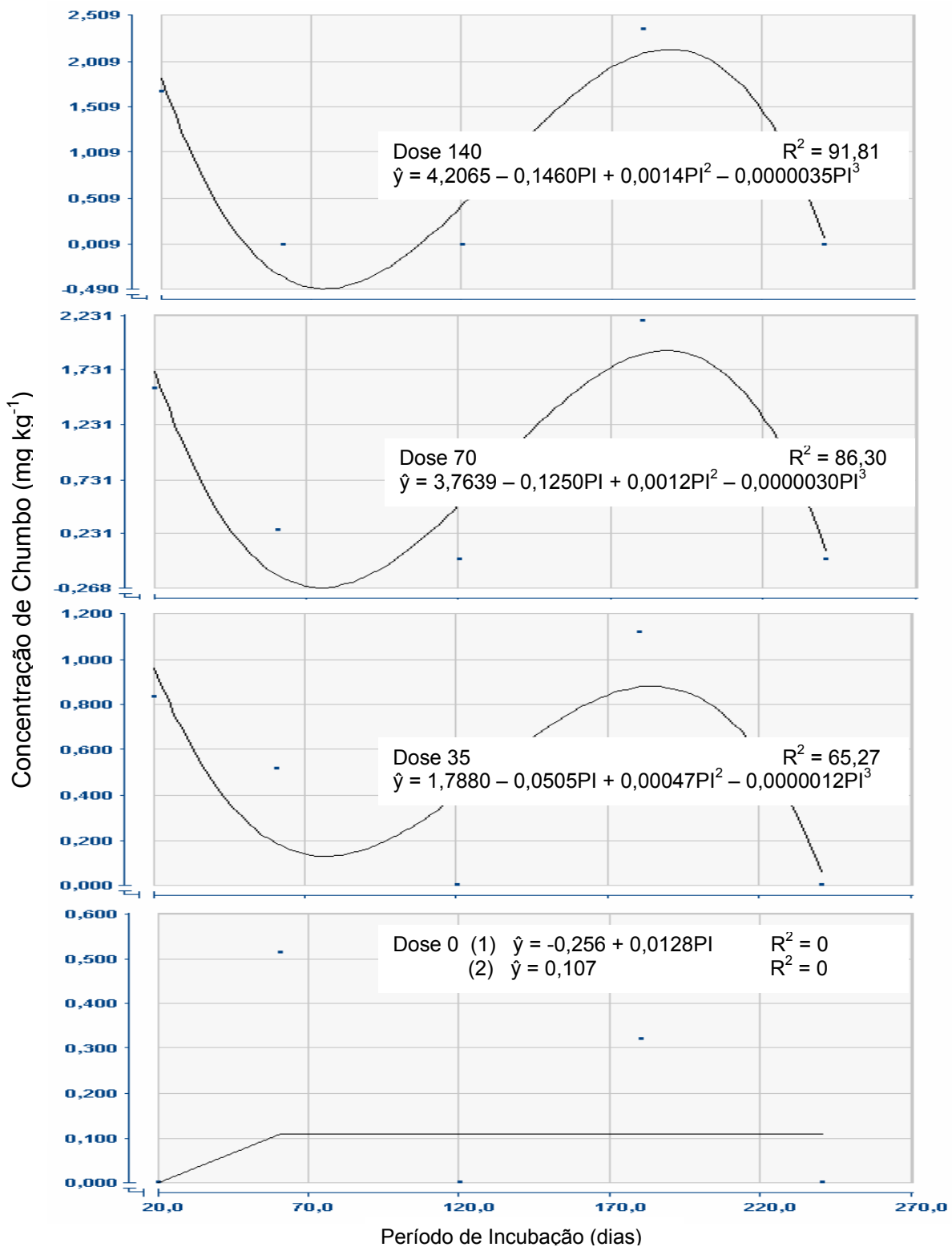


Figura 16: Estimativa da concentração de chumbo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

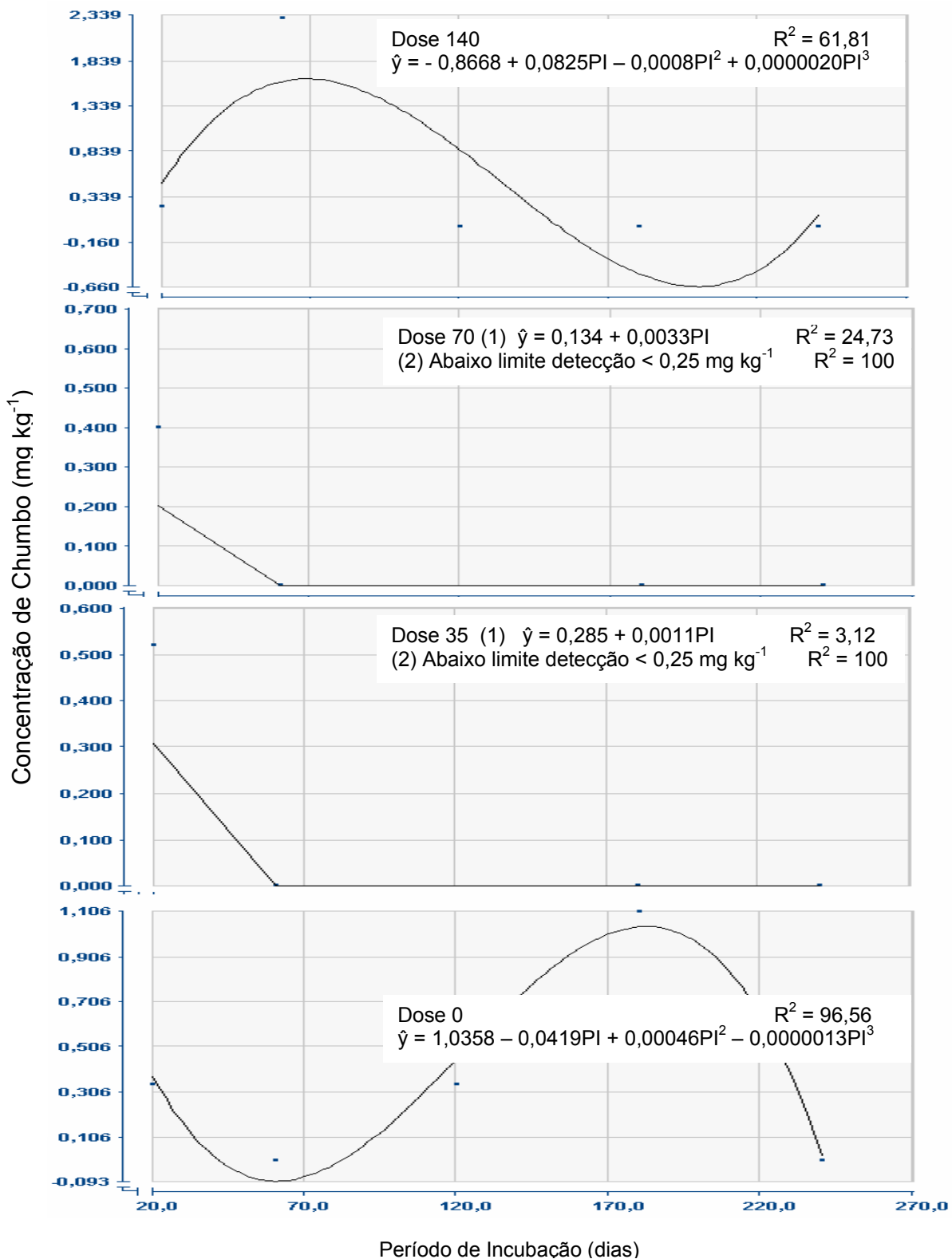


Figura 17: Estimativa da concentração de chumbo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

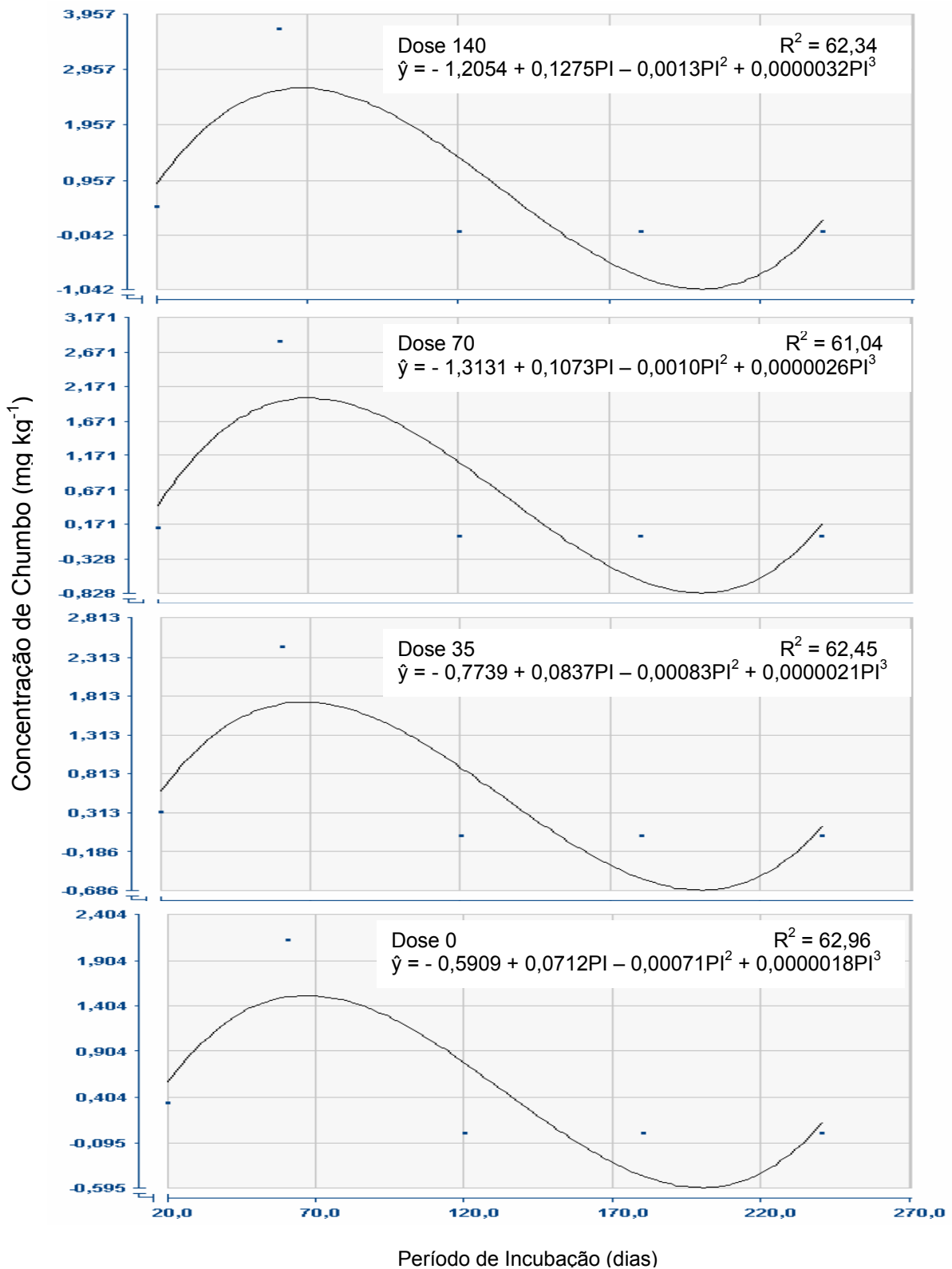


Figura 18: Estimativa da concentração de chumbo na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

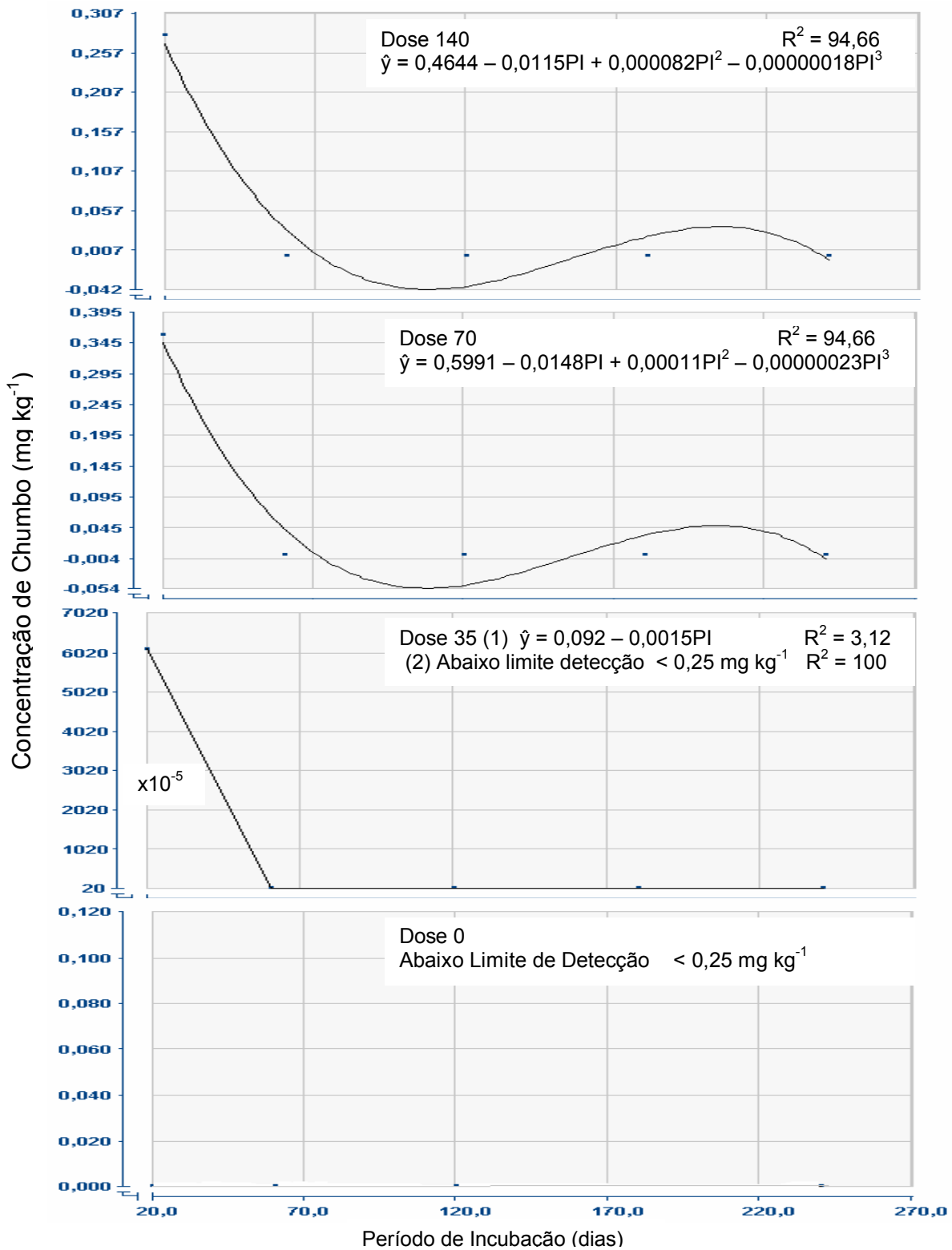


Figura 19: Estimativa da concentração de chumbo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

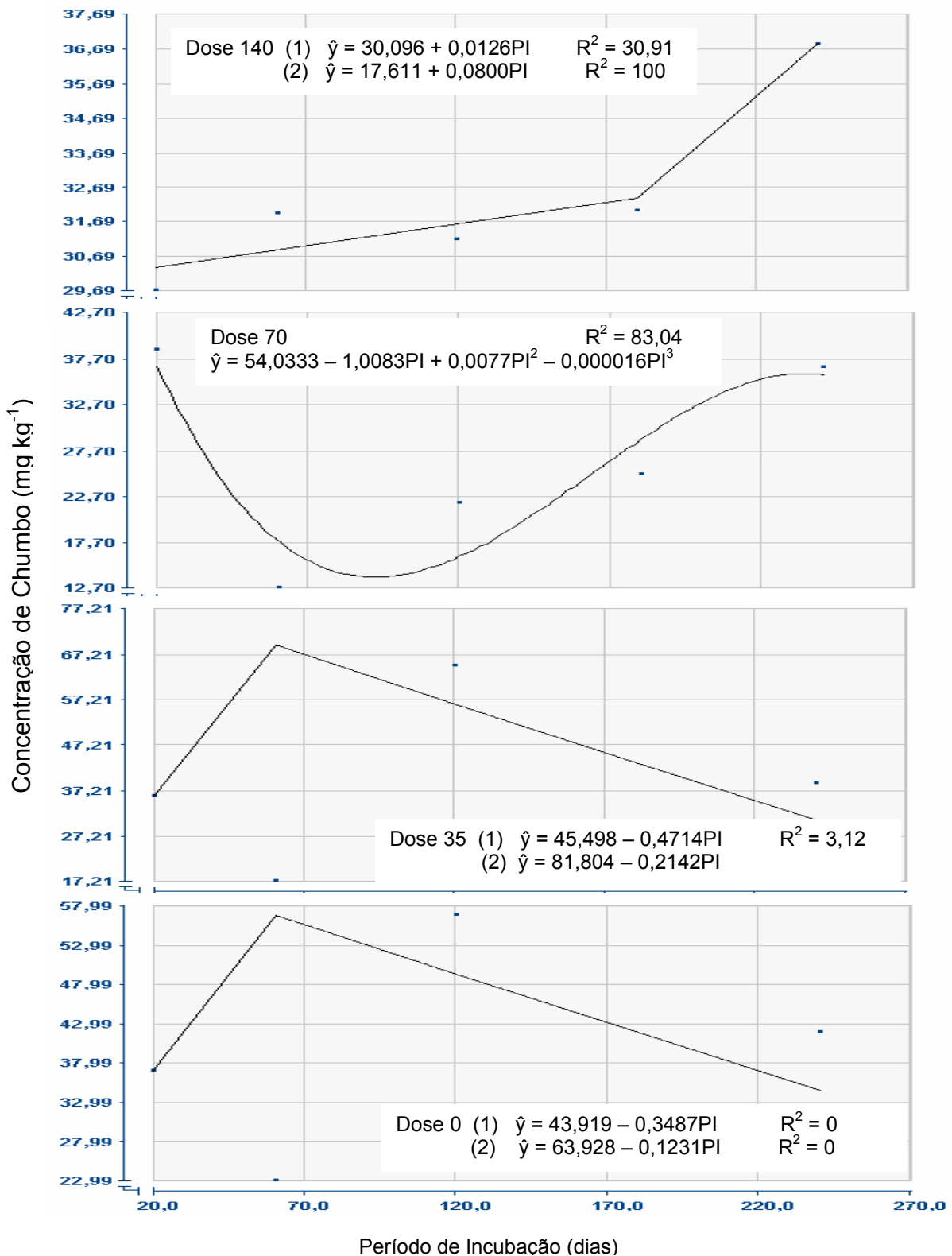


Figura 20: Estimativa da concentração de chumbo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Na figura 16, fração solúvel no solo sem calagem, na dose zero de lodo de esgoto, a concentração de chumbo em função do período de incubação não apresentou coeficiente de determinação. Já nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de biossólido aplicadas, a concentração de chumbo variou da mesma maneira durante todo o período de incubação estudado.

Na fração adsorvida (figura 17), o comportamento da concentração de chumbo foi o mesmo nas doses 35 e 70 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, e diferente das doses zero e 140 t ha⁻¹, e estas também diferentes entre si.

Já na figura 18 da fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração de chumbo variou da mesma maneira durante todo o período de incubação nas diferentes doses de biossólido aplicadas no solo sem calagem.

A concentração de chumbo na fração orgânica (figura 19) na dose zero foi constante e abaixo do limite de detecção do absorção atômica durante todo o período estudado. Na dose 35 t ha⁻¹ de lodo, a concentração do metal diminuiu em função do aumento do período de incubação durante o intervalo de 20 a 60 dias, após esse período, a concentração permaneceu constante e abaixo do limite de detecção. Nas doses 70 e 140 t ha⁻¹, a concentração do metal se comportou de maneira diferente às doses anteriores, porém nessas doses a concentração do íon variou da mesma maneira durante todo período de incubação.

A fração residual, figura 20, extraiu a maior concentração de metal que as outras frações, o mesmo havia acontecido com o cádmio. No lodo de esgoto a maior concentração do metal também se encontrava na fração residual, mostrando que o íon permaneceu estabilizado, ou seja, na fração não-disponível. Na dose zero o coeficiente de determinação foi zero mostrando que não houve relação entre a concentração de chumbo e o período de incubação. Nas outras três doses (35, 70 e 140 t ha⁻¹), a concentração de chumbo variou de maneira diferente em cada dose e durante todo o período de incubação.

Considerando os últimos 40 dias de incubação, na dose zero de biossólido, a concentração de chumbo diminuiu nas frações adsorvida e residual enquanto na fração ligada a óxido de ferro e manganês a concentração aumentou. Na dose 35 t ha⁻¹, a concentração do metal diminuiu nas frações solúvel e residual e aumentou na fração ligada a óxido de Fe e Mn. Isso indica uma migração para a fração ligada a óxido de Fe e Mn nestas duas doses. Na dose 70 t ha⁻¹, a concentração do metal diminuiu nas frações

solúvel e orgânica e aumentou nas frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual. Na dose 140 t ha^{-1} , a concentração do metal diminuiu nas frações solúvel e orgânica e aumentou nas frações adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn e residual, o que mostra uma migração para essas três frações.

Nos solos em que foi adicionado calcário, as frações adsorvida (figura 22) e ligada a óxido de ferro e manganês (figura 23) tiveram a mesma variação na concentração de chumbo durante todo o período de incubação. Já na fração solúvel (figura 21), a concentração variou de maneira contrária às duas frações anteriores, ou seja, no período de incubação em que a concentração de chumbo aumentou nas frações adsorvida e ligada a óxido de Fe e Mn, na fração solúvel a concentração diminuiu.

Na fração orgânica (figura 24), a concentração de chumbo permaneceu constante e abaixo do limite de detecção da absorção atômica na dose zero de lodo de esgoto. Nas doses 35 e 140 t ha^{-1} a concentração variou da mesma maneira durante todo período de incubação.

Na figura 25, fração residual, a concentração de chumbo teve comportamento diferente nas quatro doses durante o período estudado.

Confirmando o que foi citado para o solo sem calagem, a fração residual, extraiu a maior concentração de metal que as outras frações.

Observando o intervalo de incubação de 220 a 240 dias, a concentração do metal diminuiu nas frações solúvel, orgânica e residual (dose 140) enquanto nas outras frações adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn e residual, a concentração do íon aumentou, mostrando uma migração do íon para estas três últimas frações. Isso é justificado pelo sistema ser fechado, ou seja, não houve perda de metal por lixiviação.

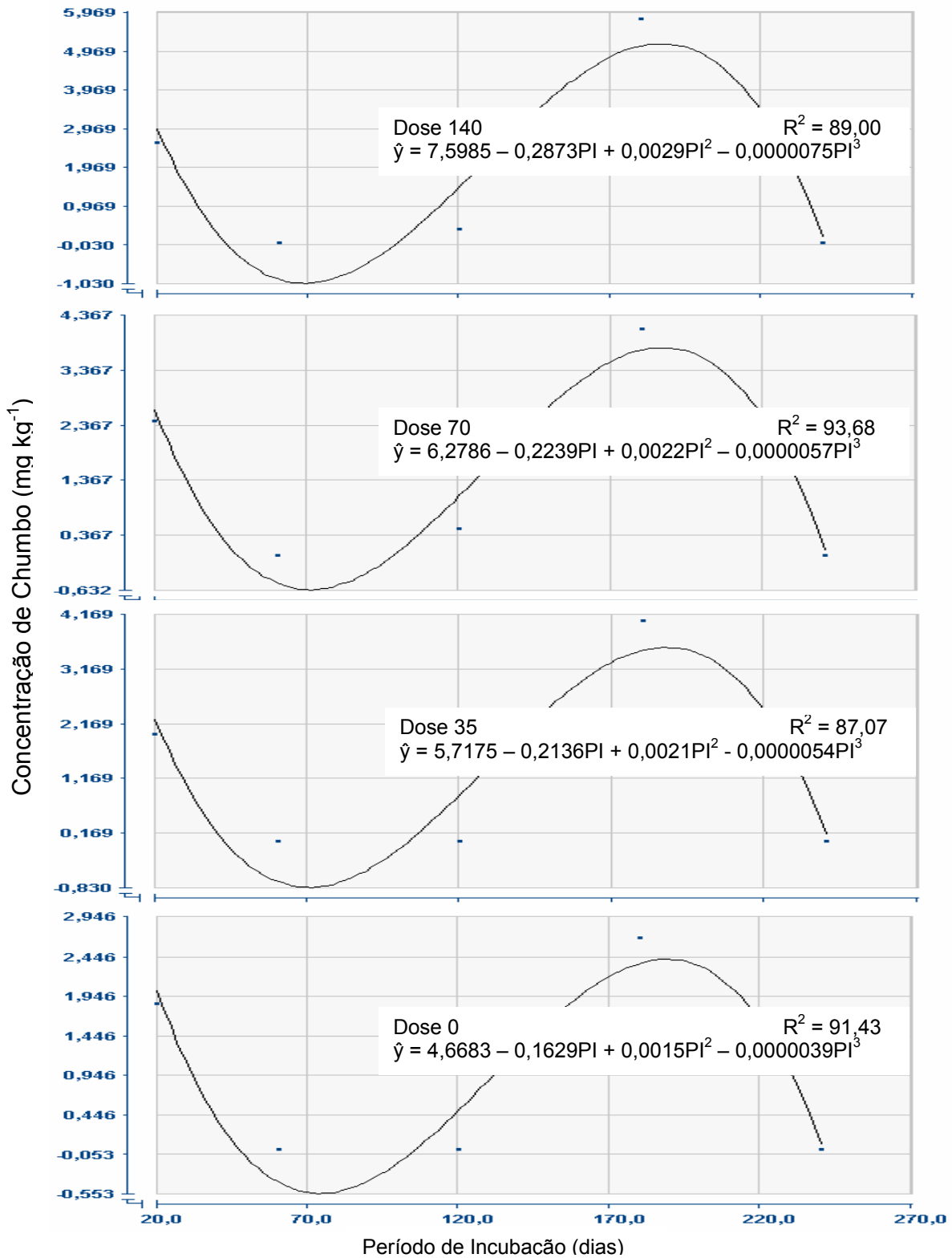


Figura 21: Estimativa da concentração de chumbo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

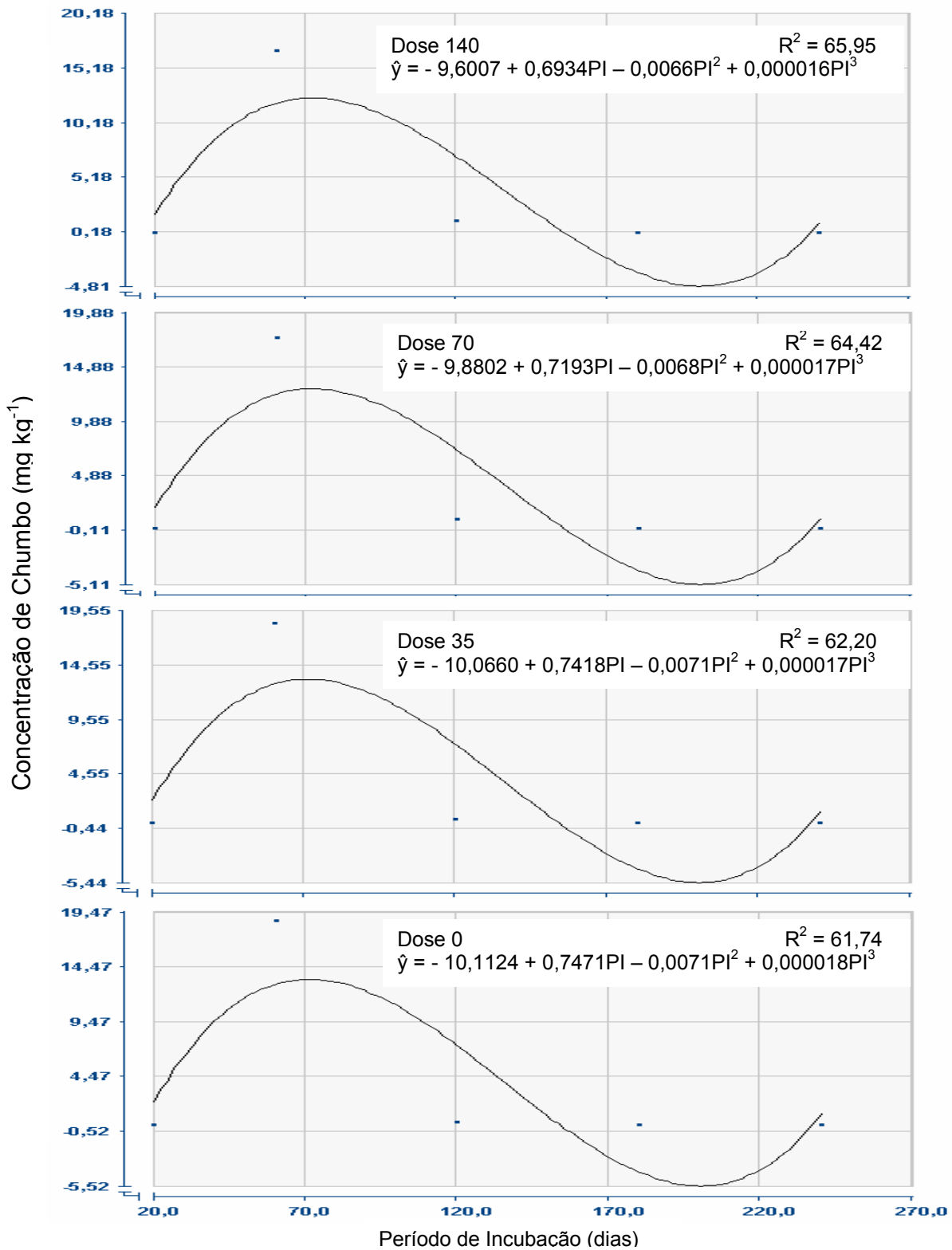


Figura 22: Estimativa da concentração de chumbo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

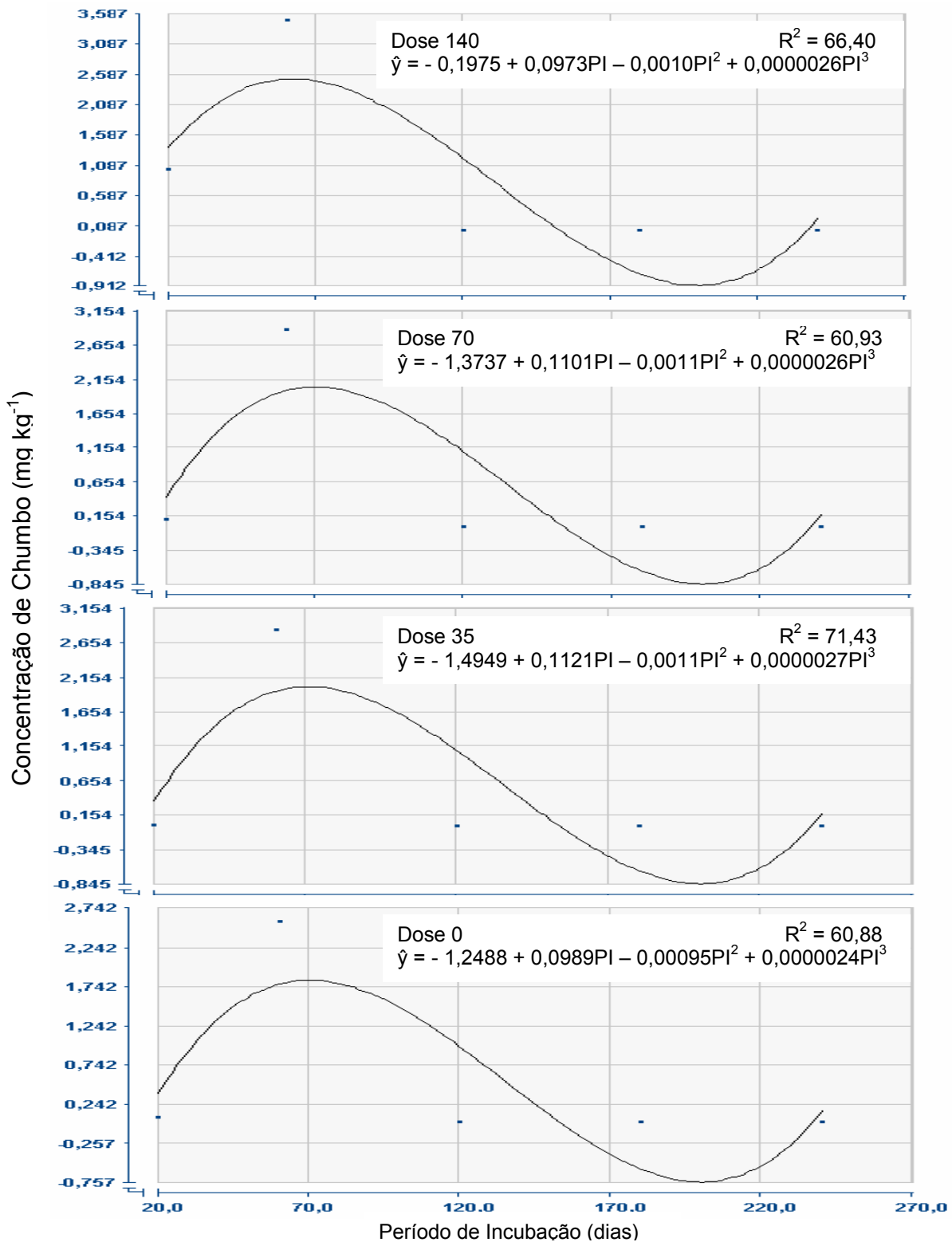


Figura 23: Estimativa da concentração de chumbo na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

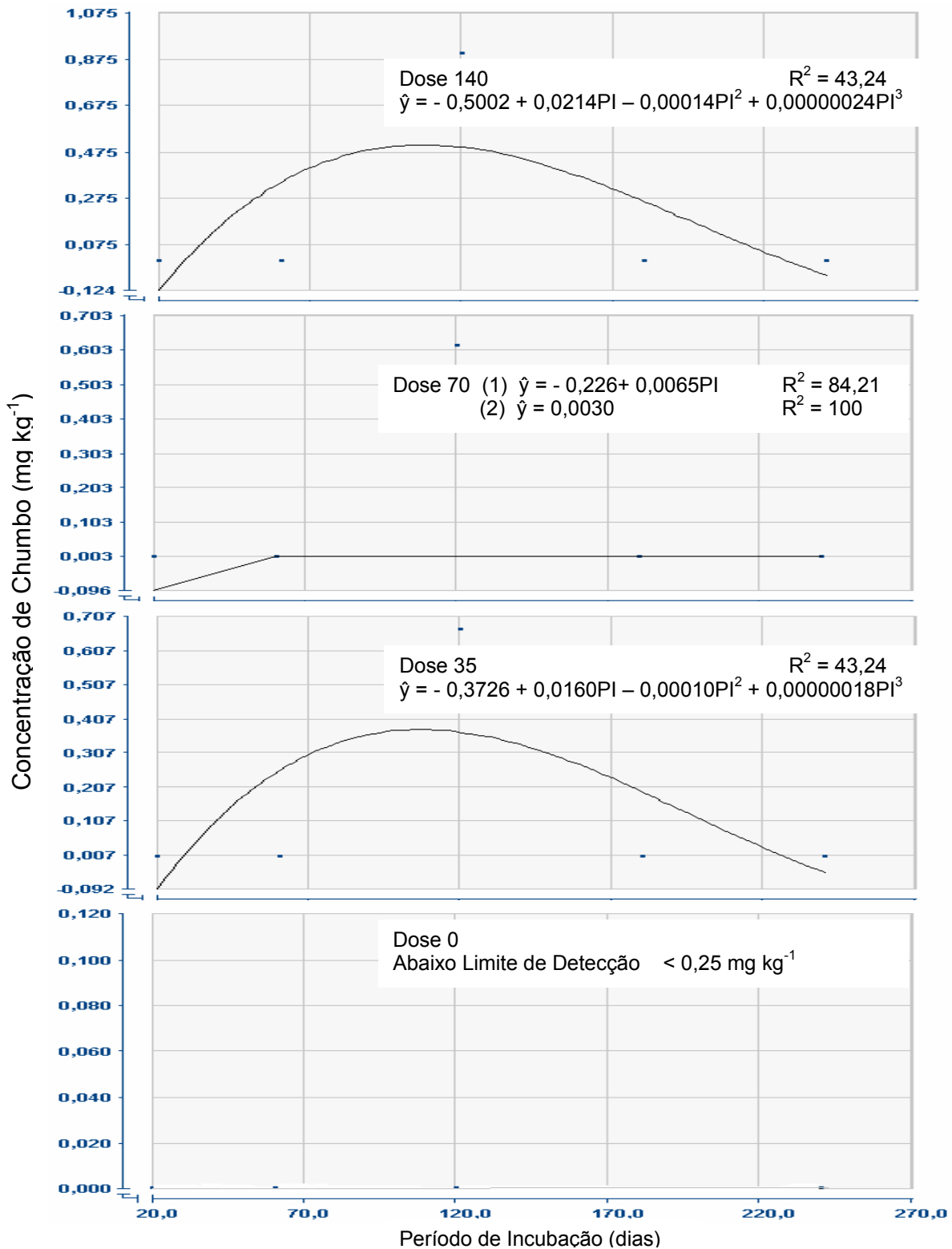


Figura 24: Estimativa da concentração de chumbo na fração orgânico em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

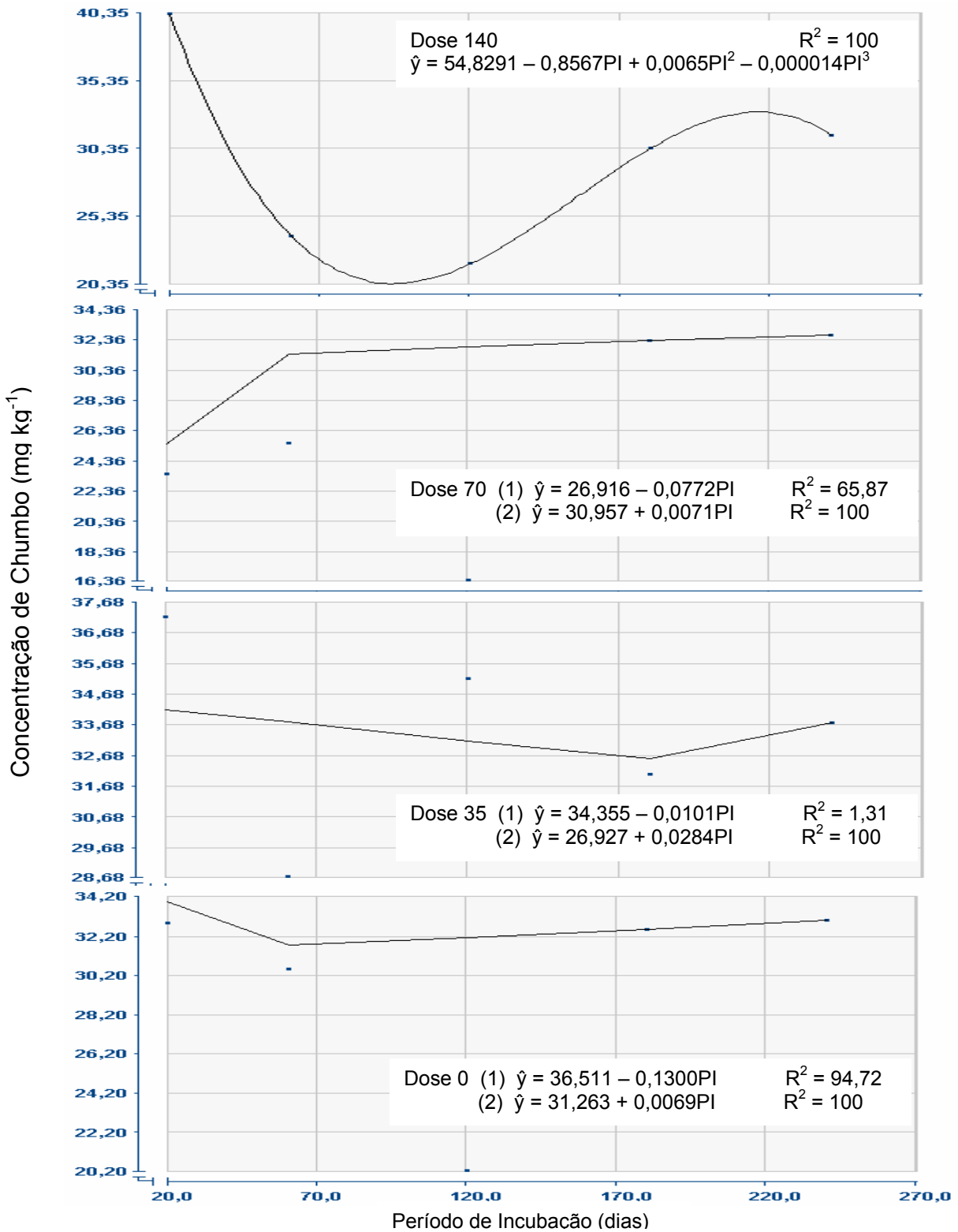


Figura 25: Estimativa da concentração de chumbo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

4.4.3. Cobre

Pelo quadro de análise de variância (quadro 17), pode-se notar que apenas a fração adsorvida é influenciada pela adição de calcário. Nas frações solúvel e ligada a óxido de Fe e Mn, a concentração de cobre não sofre efeito das doses de lodo de esgoto no solo sem calagem. E no solo com aplicação de calcário, apenas a fração solúvel não sofre o mesmo efeito.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 17, não foi significativo na fração ligada a óxido de Fe e Mn na dose zero de biossólido do solo com calagem, e na fração adsorvida na dose 35 t ha⁻¹ do solo com calagem.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

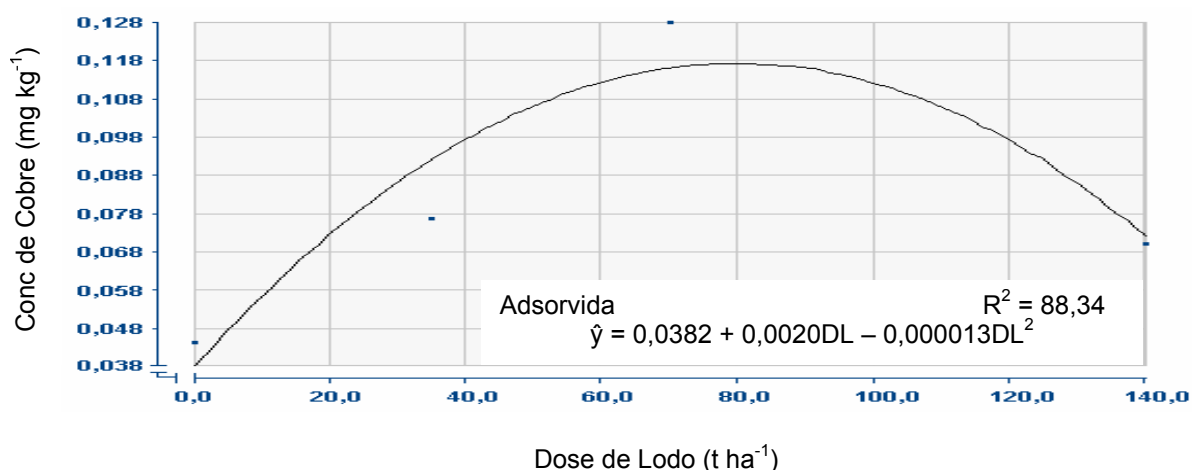


Figura 26: Estimativa da concentração de cobre e sua respectiva equação de regressão na fração adsorvida em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **sem** calagem.

Nos tratamentos sem aplicação de cal, a concentração de cobre na fração adsorvida aumentou em função do aumento das doses de lodo de esgoto aplicada no solo até a dose de 80 t ha⁻¹, após essa dosagem a concentração de cobre diminuiu.

Quadro 17: Análise de variância do cobre nas cinco frações: solúvel (Cu 1), adsorvida (Cu 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cu 3), orgânica (Cu 4) e residual (Cu 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Cu 1	Cu 2	Cu 3	Cu 4	Cu 5
REP	3	0,001623 ^{ns}	0,001719 ^{ns}	0,056573 ^{ns}	0,242870 ^{ns}	1,571927 ^{ns}
CAL	1	0,023278 ^{ns}	0,055417 ^{**}	0,023479 ^{ns}	0,050730 ^{ns}	0,002774 ^{ns}
DL d/cal 0	3	0,008565 ^{ns}	0,0248123 ^{**}	0,145599 ^{ns}	67,71142 ^{**}	6,847825 [*]
DL d/cal 1	3	0,009319 ^{ns}	0,012378 ^{**}	0,662389 ^{**}	52,23212 ^{**}	15,7785 ^{**}
Resíduo (a)	21	0,005521	0,002455	0,048451	0,296130	2,022498
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,090880 ^{**}	0,009639 ^{**}	0,197261 ^{**}	4,896498 ^{**}	17,47759 ^{**}
PI d/DL 35 d/cal 0	4	0,102289 ^{**}	0,048801 ^{**}	0,321445 ^{**}	9,825126 ^{**}	17,28221 ^{**}
PI d/DL 70 d/cal 0	4	0,139196 ^{**}	0,074402 ^{**}	0,309172 ^{**}	5,642891 ^{**}	26,84243 ^{**}
PI d/DL 140 d/cal 0	4	0,153643 ^{**}	0,039155 ^{**}	0,215268 ^{**}	5,371261 ^{**}	7,125659 [*]
PI d/DL 0 d/cal 1	4	0,109964 ^{**}	0,017716 ^{**}	0,052737 ^{ns}	4,323873 ^{**}	3,019002 ^{ns}
PI d/DL 35 d/cal 1	4	0,198728 ^{**}	0,004299 ^{ns}	0,208947 ^{**}	5,311046 ^{**}	3,463372 ^{ns}
PI d/DL 70 d/cal 1	4	0,193835 ^{**}	0,063076 ^{**}	0,333121 ^{**}	2,337723 ^{**}	5,368009 ^{ns}
PI d/DL 140 d/cal 1	4	0,233687 ^{**}	0,096804 ^{**}	0,545559 ^{**}	5,088678 ^{**}	15,57136 ^{**}
Resíduo (b)	96	0,005352	0,002443	0,031274	0,620556	2,484961
C.V. (a) (%)		54,288	81,022	55,336	9,859	8,887
C.V. (b) (%)		53,446	80,821	44,458	14,273	9,851

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

Nas outras frações: solúvel, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual, a concentração de cobre não foi influenciada significativamente pelo aumento das doses de lodo aplicadas.

Nos solos nos quais foi aplicado calcário, apenas na fração residual a concentração do metal teve efeito do aumento das doses de lodo de esgoto.

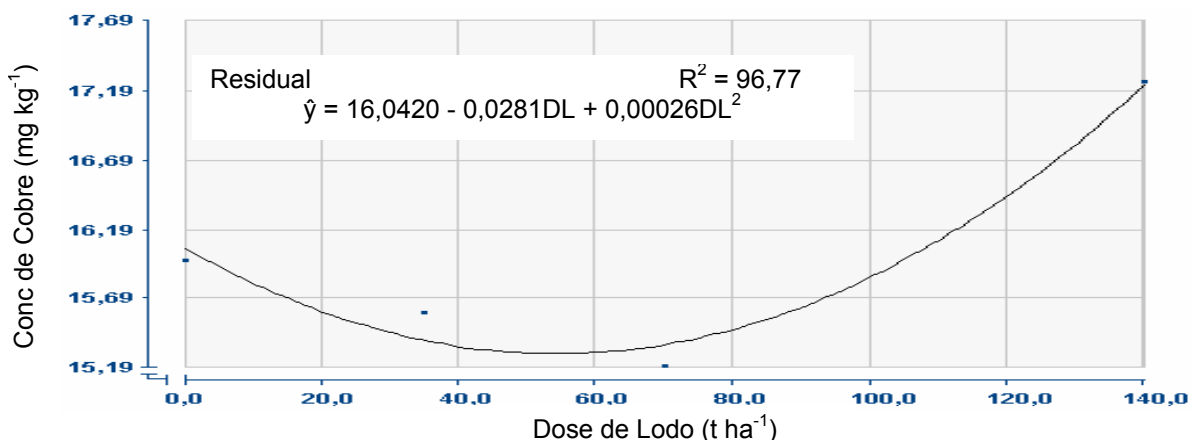


Figura 27: Estimativa da concentração de cobre e sua respectiva equação de regressão na fração residual em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática para os efeitos das doses de lodo de esgoto aplicadas nos solos com e sem aplicação de calcário, e estas equações de regressão se encontram nas figuras 26 e 27.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 28 a 37.

Nos solos sem calagem, na fração solúvel (figura 28), apenas na dosagem de 35 t ha⁻¹ a concentração de cobre variou durante o período de incubação de maneira diferente. Nas outras três doses (zero, 70 e 140 t ha⁻¹), a concentração do metal diminuiu durante o período de incubação chegando a ficar abaixo do limite de detecção da absorção atômica nos últimos meses permanecendo assim até o final.

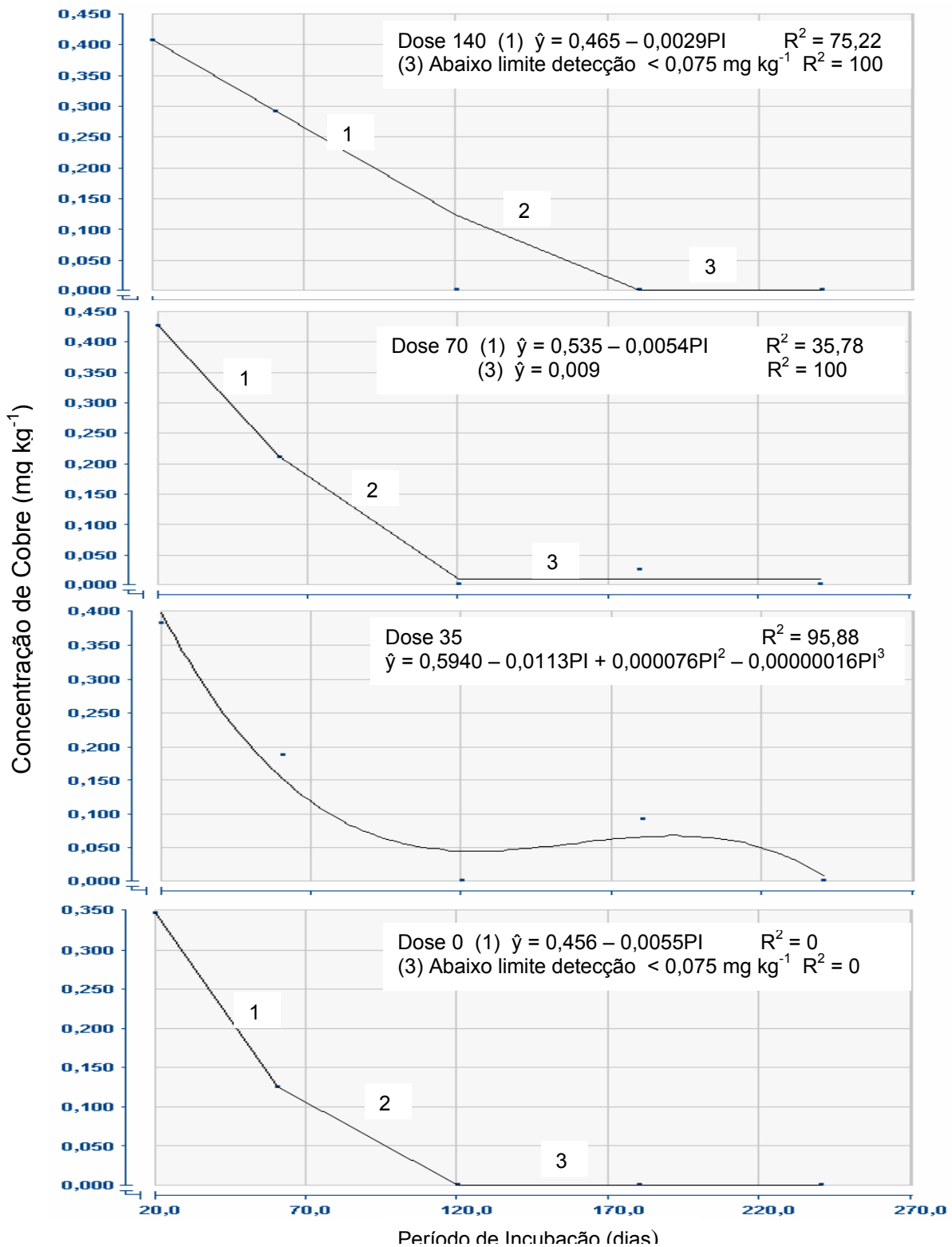


Figura 28: Estimativa da concentração de cobre na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

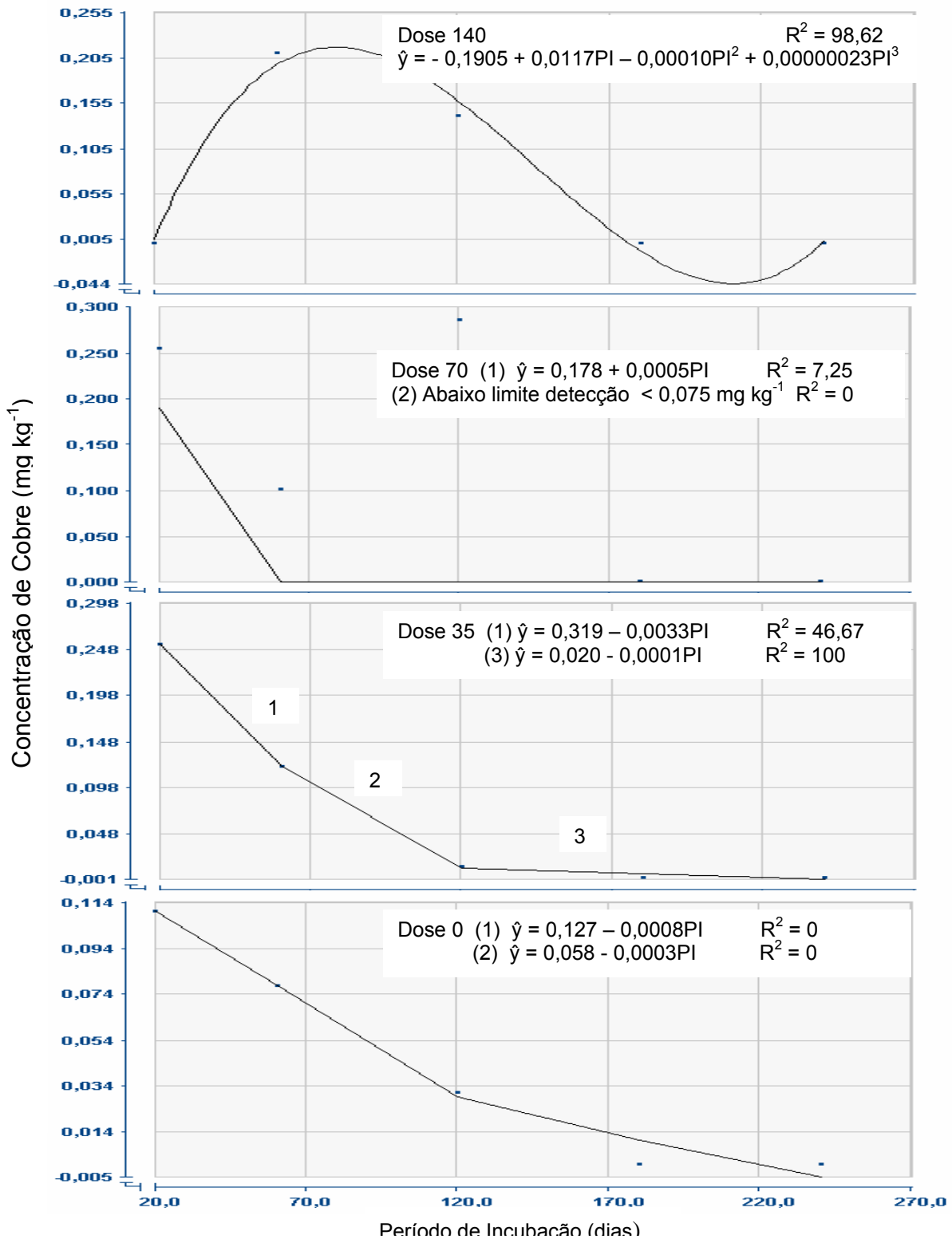


Figura 29: Estimativa da concentração de cobre na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

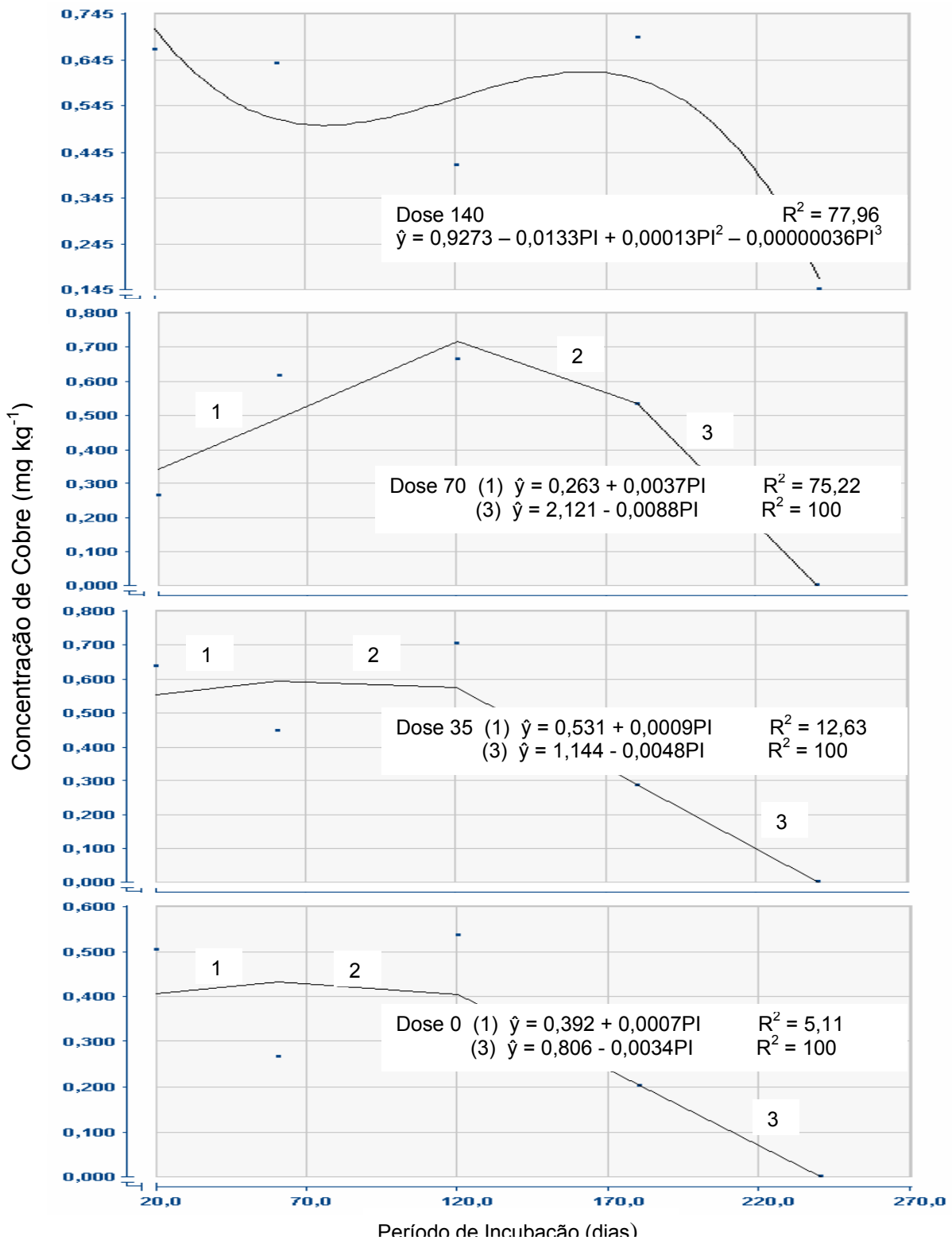


Figura 30: Estimativa da concentração de cobre na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

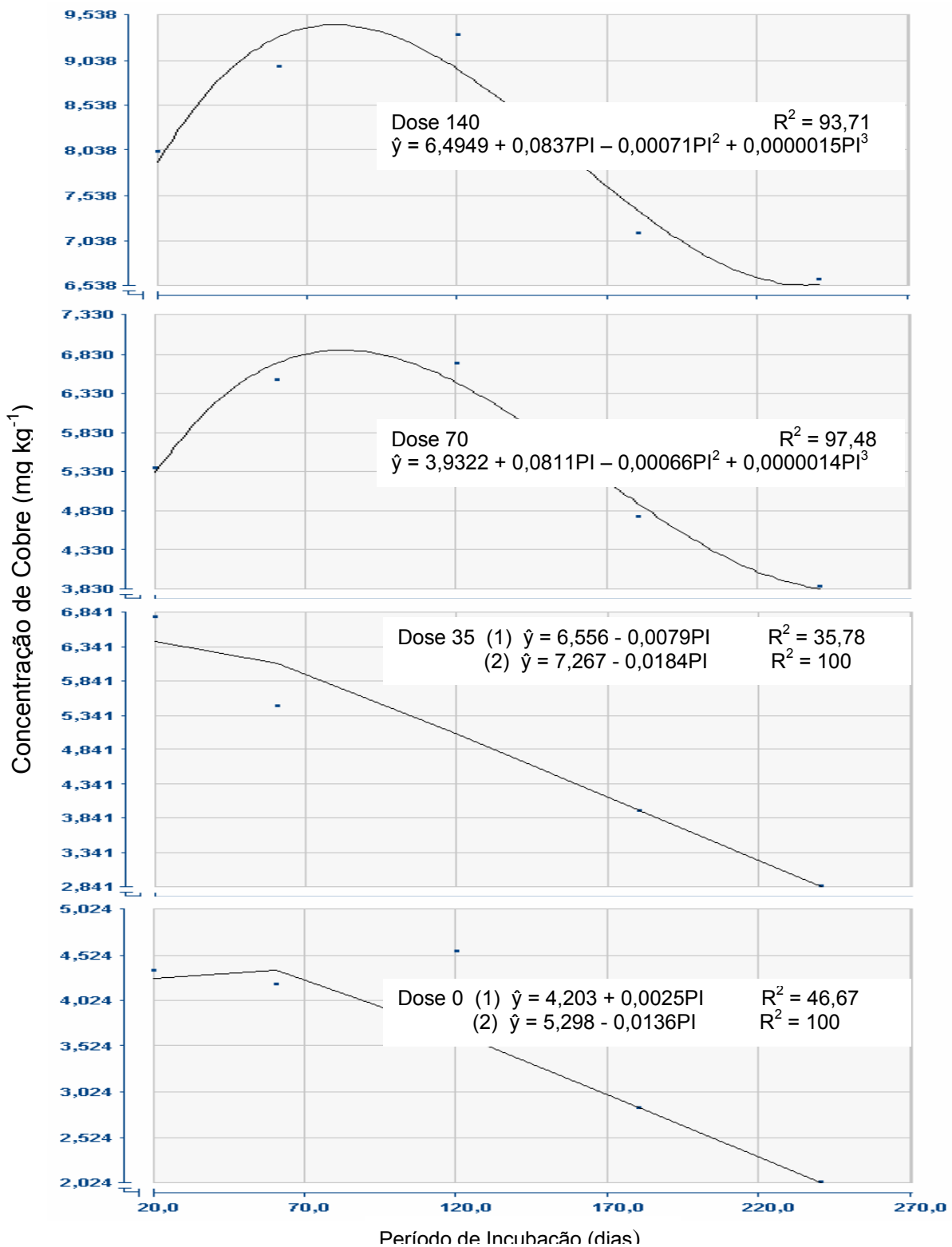


Figura 31: Estimativa da concentração de cobre na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

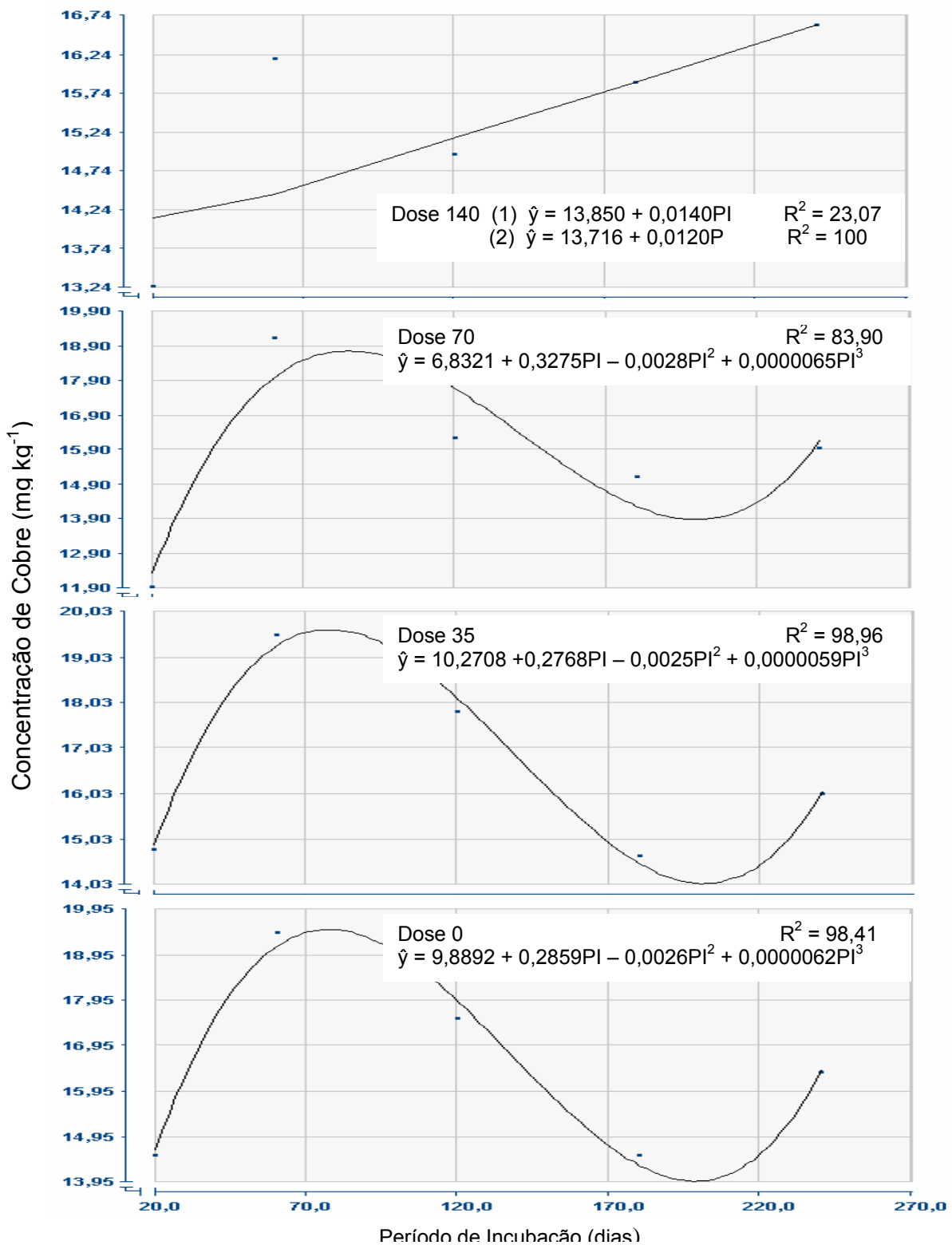


Figura 32: Estimativa da concentração de cobre na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Na fração adsorvida (figura 29), a concentração de cobre variou diferentemente nas quatro doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem, durante todo o período de incubação estudado.

Na figura 30, fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração do metal se comportou da mesma forma nas três doses de biossólido: zero, 35 e 70 t ha⁻¹ durante o período de incubação.

Já a fração orgânica (figura 31) apresentou dois comportamentos: as doses zero e 35 t ha⁻¹ apresentaram uma variação da concentração do íon no modelo descontínuo, e as doses 70 e 140 t ha⁻¹, outra variação já no modelo cúbico.

Apenas a dose 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto na fração residual (figura 32) se mostrou no modelo descontínuo, aumentando a concentração de cobre em função do aumento dos dias de incubação durante todo o período analisado.

No geral, no solo sem calagem, houve uma migração para a fração residual, pois nos últimos 20 dias de incubação do lodo de esgoto, a concentração de cobre aumentou nesta fração enquanto nas outras frações a concentração diminuiu.

Como aconteceu com os outros metais, a fração residual extraiu a maior concentração de cobre, mostrando a tendência do metal se estabilizar quando o lodo é adicionado no solo, pois no lodo de esgoto o metal se concentrava na fração orgânica potencialmente disponível.

Nos tratamentos com aplicação de calcário, a fração solúvel (figura 33) apresentou a mesma variação da concentração de cobre durante o período de incubação analisado, a diferença ficou nos dias de incubação em que a inclinação da reta se modificou. A concentração do metal diminuiu em função do aumento do período de incubação nas quatro doses de biossólido aplicadas no solo.

Na figura 34 da fração adsorvida, a concentração de cobre foi mais bem explicada pelo modelo descontínuo exceto na dosagem de 140 t ha⁻¹ que foi representada pelo modelo cúbico.

Já na fração ligada a óxido de Fe e Mn (figura 35), a concentração do íon variou da mesma maneira durante todo o período de incubação estudado nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto.

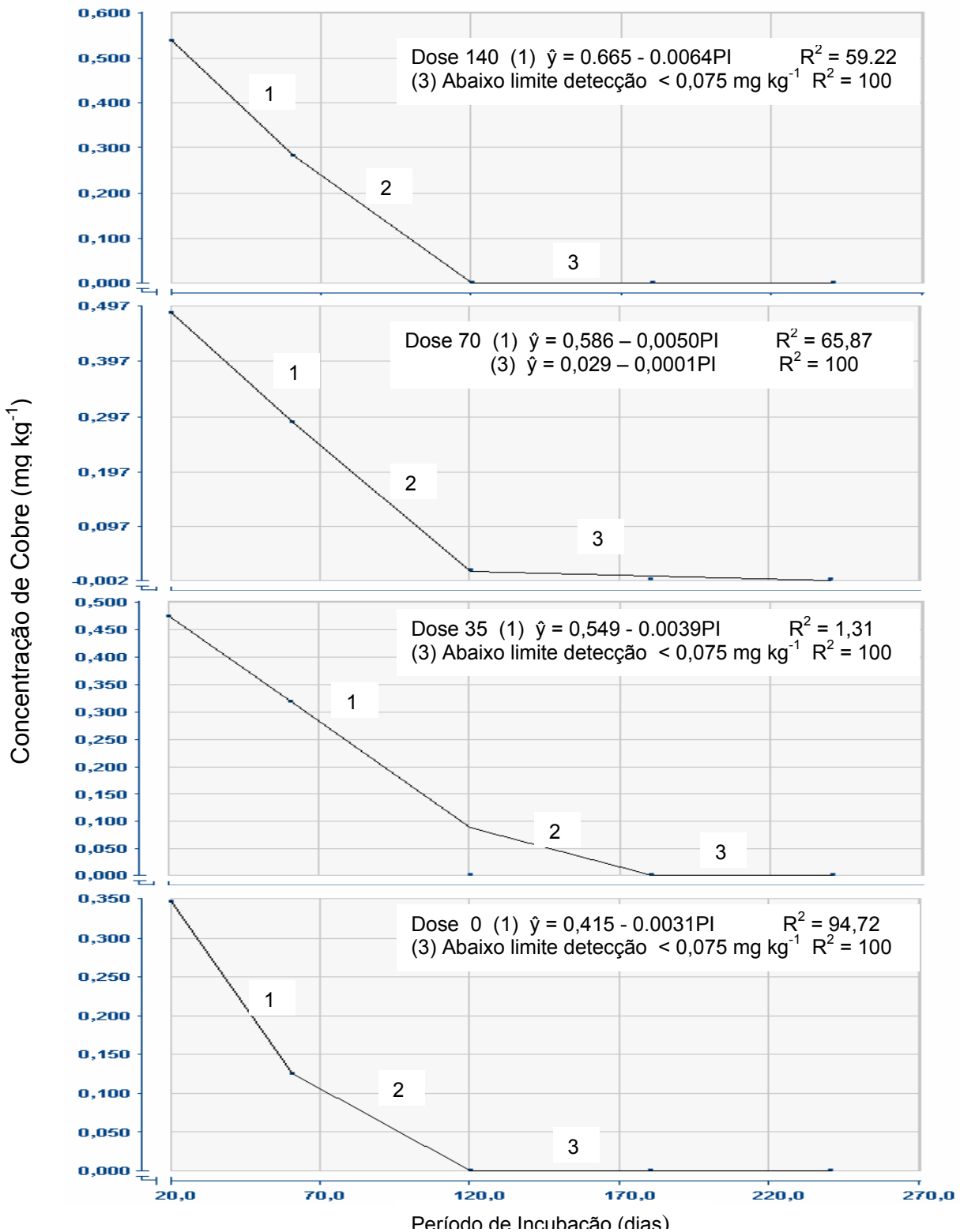


Figura 33: Estimativa da concentração de cobre na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

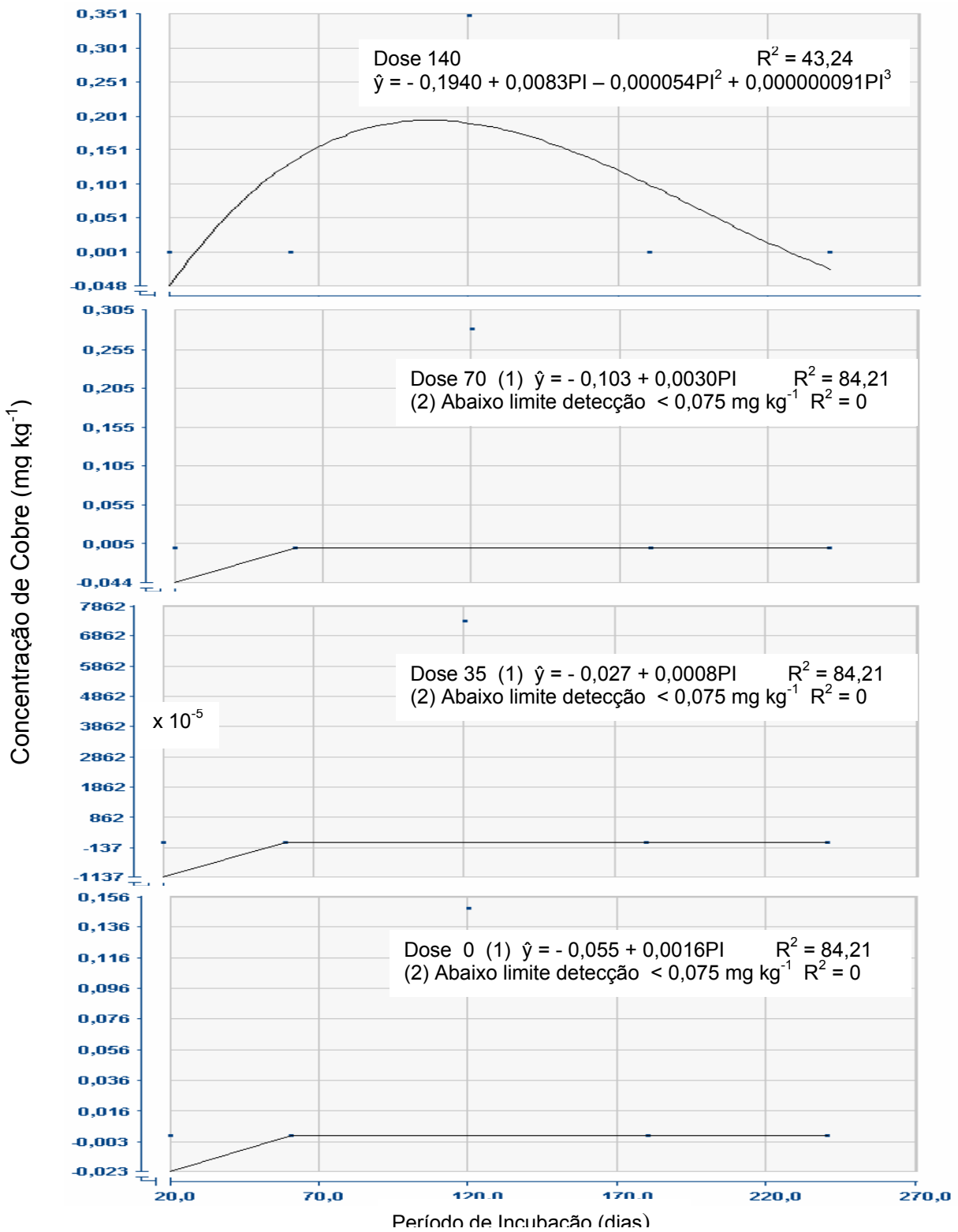


Figura 34: Estimativa da concentração de cobre na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

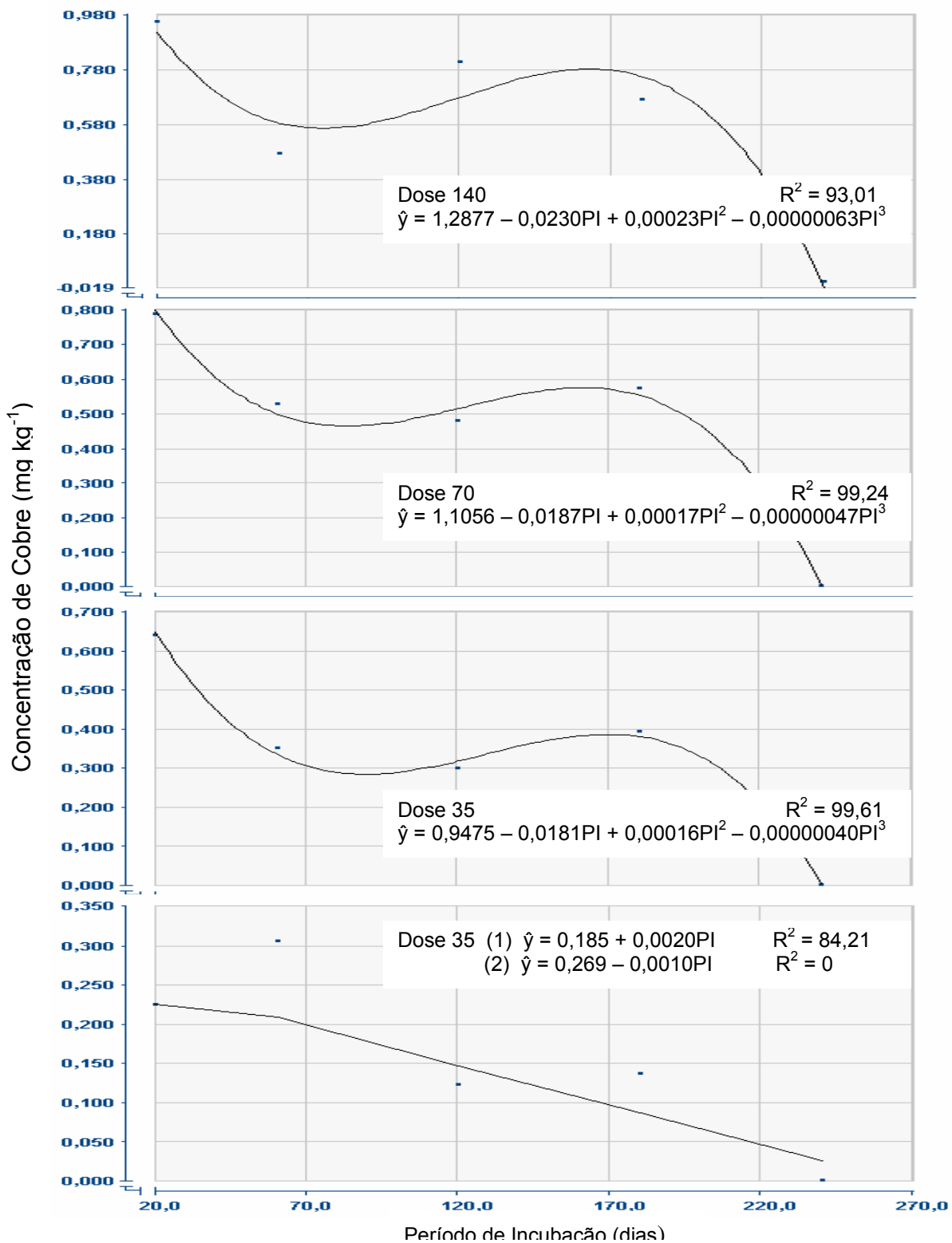


Figura 35: Estimativa da concentração de cobre na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

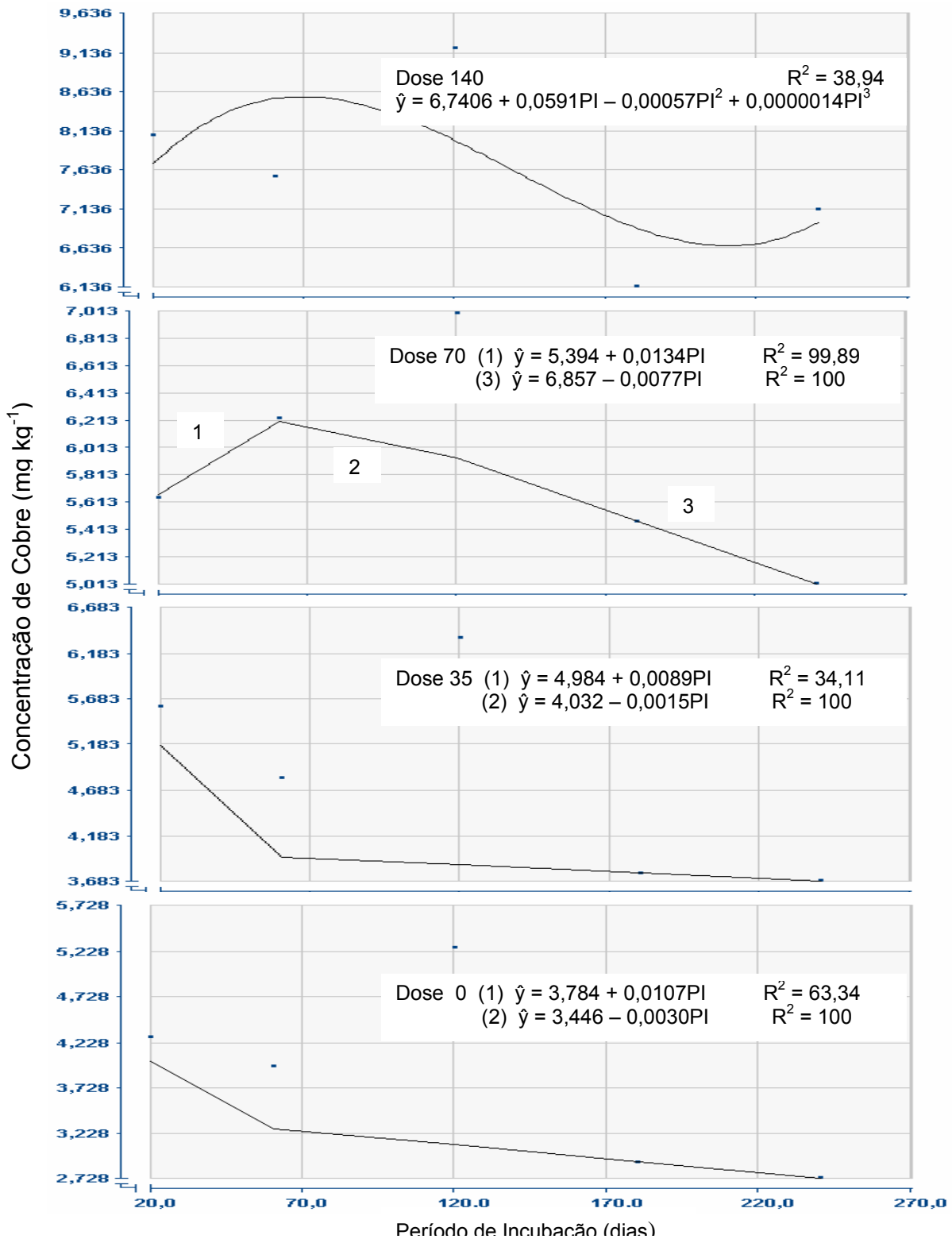


Figura 36: Estimativa da concentração de cobre na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

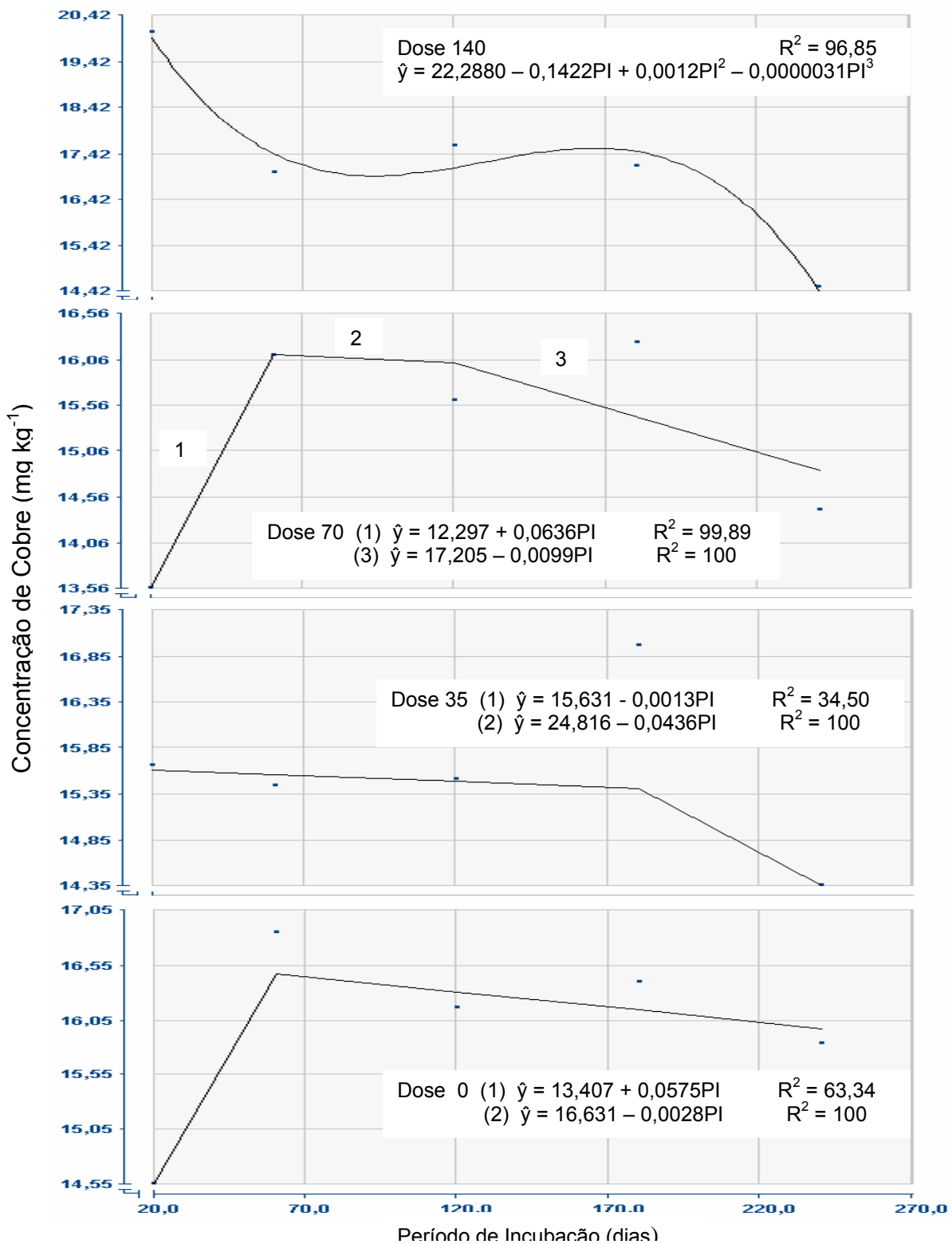


Figura 37: Estimativa da concentração de cobre na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

Na fração orgânica (figura 36) a concentração de cobre diminuiu durante todo o período de incubação analisado nas doses zero e 35 t ha⁻¹ e essa diminuição ocorreu nos mesmos dias de incubação nessas duas doses de lodo de esgoto.

Diferentemente do que aconteceu nas outras frações, na fração residual (figura 37), a concentração do metal variou de forma diferente nas quatro doses de biossólido aplicadas no solo.

Nos últimos 20 dias de incubação, a concentração de cobre, na dose de 140 t ha⁻¹, diminuiu em todas as frações exceto na fração orgânica, mostrando que a migração do íon ocorreu das frações solúvel, adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn e residual para a fração orgânica.

4.4.4. Cromo

Pelo quadro de análise de variância (quadro 18), pode-se notar que apenas a fração solúvel foi influenciada pela adição de calcário. Nas outras frações, adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual, a adição de calcário não teve efeito na concentração de cromo.

Em todas as frações, a concentração de cromo sofreu efeito das doses de lodo de esgoto tanto no solo sem calagem quanto no solo com calagem, como pode ser visto no quadro 18.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 18, não foi significativo na fração ligada a óxido de Fe e Mn na dose zero de bio sólido do solo com e sem calagem, e na dose 35 t ha⁻¹ do solo com calagem. Já na fração orgânica o período de incubação não influenciou a concentração de cromo na dose zero de bio sólido do solo com e sem calagem, e também na dose 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem. Em todas as outras frações, a concentração de cromo sofreu efeito do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto tanto no solo sem calagem quanto no solo com calagem.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Observando o efeito do aumento das doses de lodo de esgoto no solo sem aplicação de calcário, nenhuma das frações sofreu esta influência na concentração de cromo pelo teste F da regressão.

Já no solo com calagem, apenas nas frações orgânica e residual (figura 38) a concentração do metal foi influenciada pelo aumento das doses de bio sólido aplicadas.

Quadro 18: Análise de variância do cromo nas cinco frações: solúvel (Cr 1), adsorvida (Cr 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Cr 3), orgânica (Cr 4) e residual (Cr 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Cr 1	Cr 2	Cr 3	Cr 4	Cr 5
REP	3	0,033392*	1,056810**	14,16908 ^{ns}	2,719840 ^{ns}	0,504223 ^{ns}
CAL	1	1,189110**	0,040724 ^{ns}	1,465468 ^{ns}	10,14932 ^{ns}	17,86977 ^{ns}
DL d/cal 0	3	0,103785**	12,70278**	5908,030**	2954,414**	38,50239**
DL d/cal 1	3	0,227850**	12,52878**	5425,355**	2617,102**	53,57909**
Resíduo (a)	21	0,009792	0,194789	7,314042	3,145059	6,519013
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,143527**	1,062476**	1,927808 ^{ns}	1,900723 ^{ns}	114,7660**
PI d/DL 35 d/cal 0	4	0,149941**	3,682861**	44,90283**	7,750121 ^{ns}	205,0641**
PI d/DL 70 d/cal 0	4	0,918104**	10,82967**	78,39828**	37,26682**	184,6944**
PI d/DL 140 d/cal 0	4	0,851353**	19,06175**	457,9546**	151,2577**	281,8593**
PI d/DL 0 d/cal 1	4	0,591545**	0,893711**	8,277257 ^{ns}	3,744627 ^{ns}	230,7792**
PI d/DL 35 d/cal 1	4	0,760113**	3,546044**	24,53917 ^{ns}	30,55257**	269,0046**
PI d/DL 70 d/cal 1	4	1,022350**	7,423086**	180,0405**	84,53169**	187,5680**
PI d/DL 140 d/cal 1	4	1,150297**	23,91296**	323,7523**	130,6809**	358,7901**
Resíduo (b)	96	0,010471	0,230543	10,49817	6,147155	5,277063
C.V. (a) (%)		42,256	32,959	13,322	10,677	12,387
C.V. (b) (%)		43,696	35,856	15,961	14,926	11,144

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

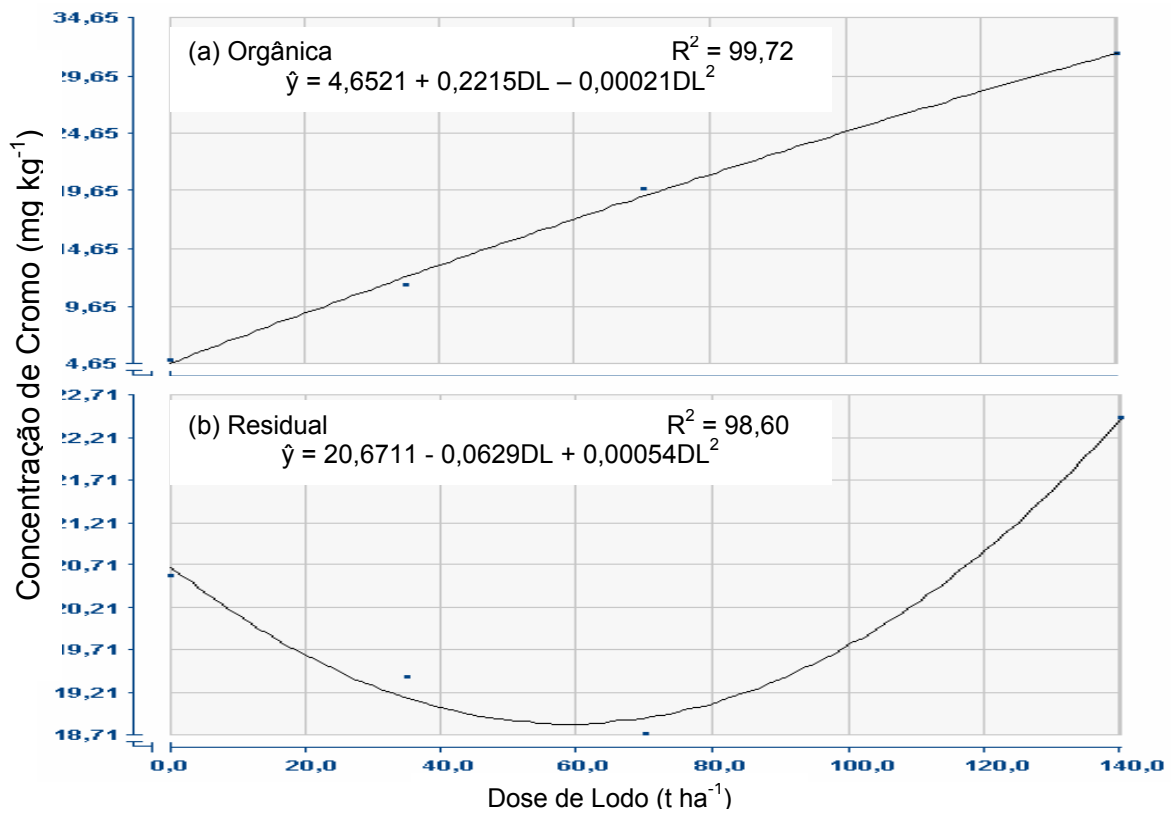


Figura 38: Estimativa da concentração de cromo e sua respectiva equação de regressão nas frações orgânica (a) e residual (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

Na fração orgânica (figura 38(a)), a concentração de cromo aumentou constantemente com aumento das doses de biossólido aplicadas no solo. E na fração residual (figura 38(b)), a concentração de cromo diminuiu até a dose de 58 t ha⁻¹ de biossólido aplicada no solo com calagem e após essa dosagem a concentração do metal aumentou em função das doses de lodo adicionadas.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática e estas equações de regressão se encontram na figura 38.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 39 a 48.

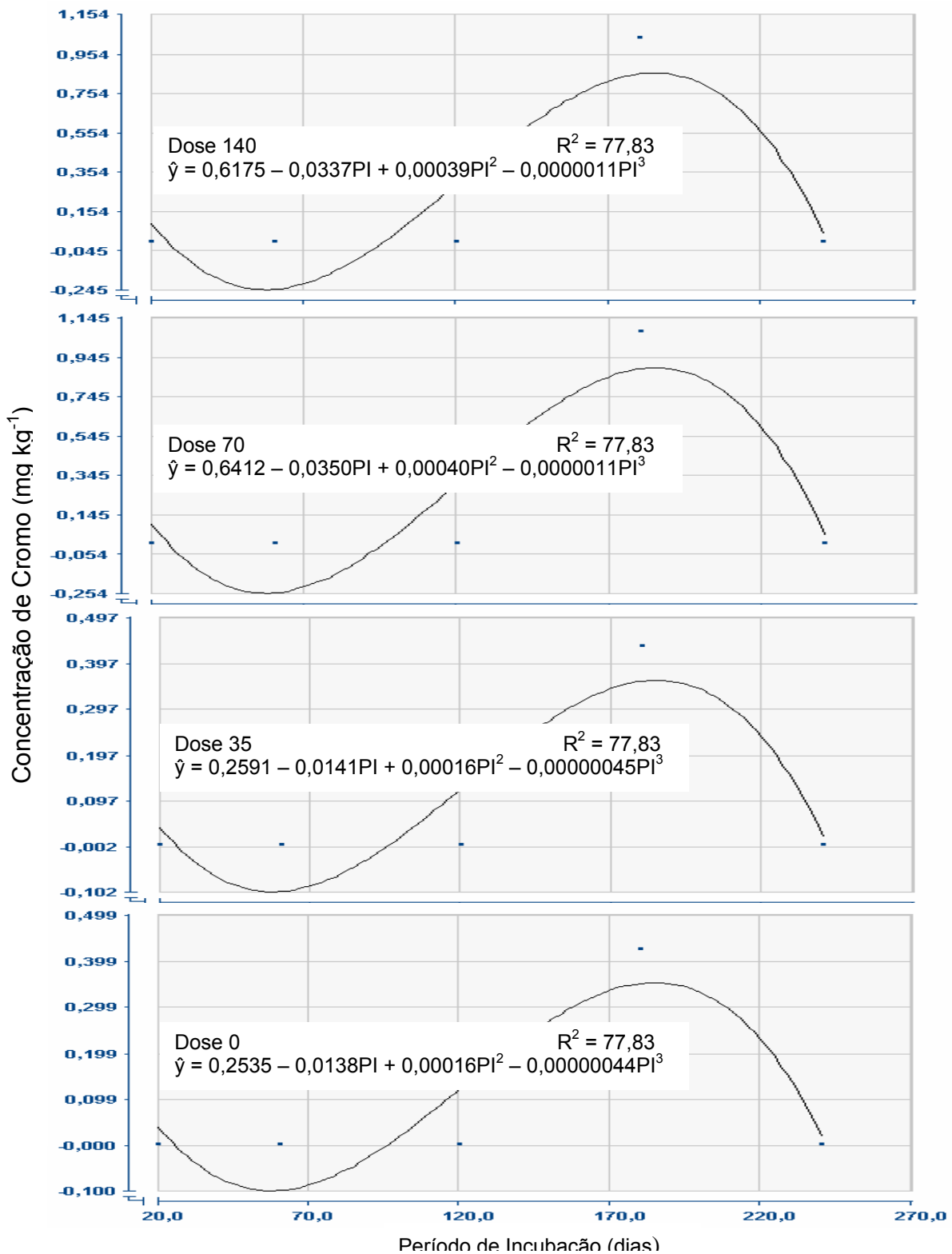


Figura 39: Estimativa da concentração de cromo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

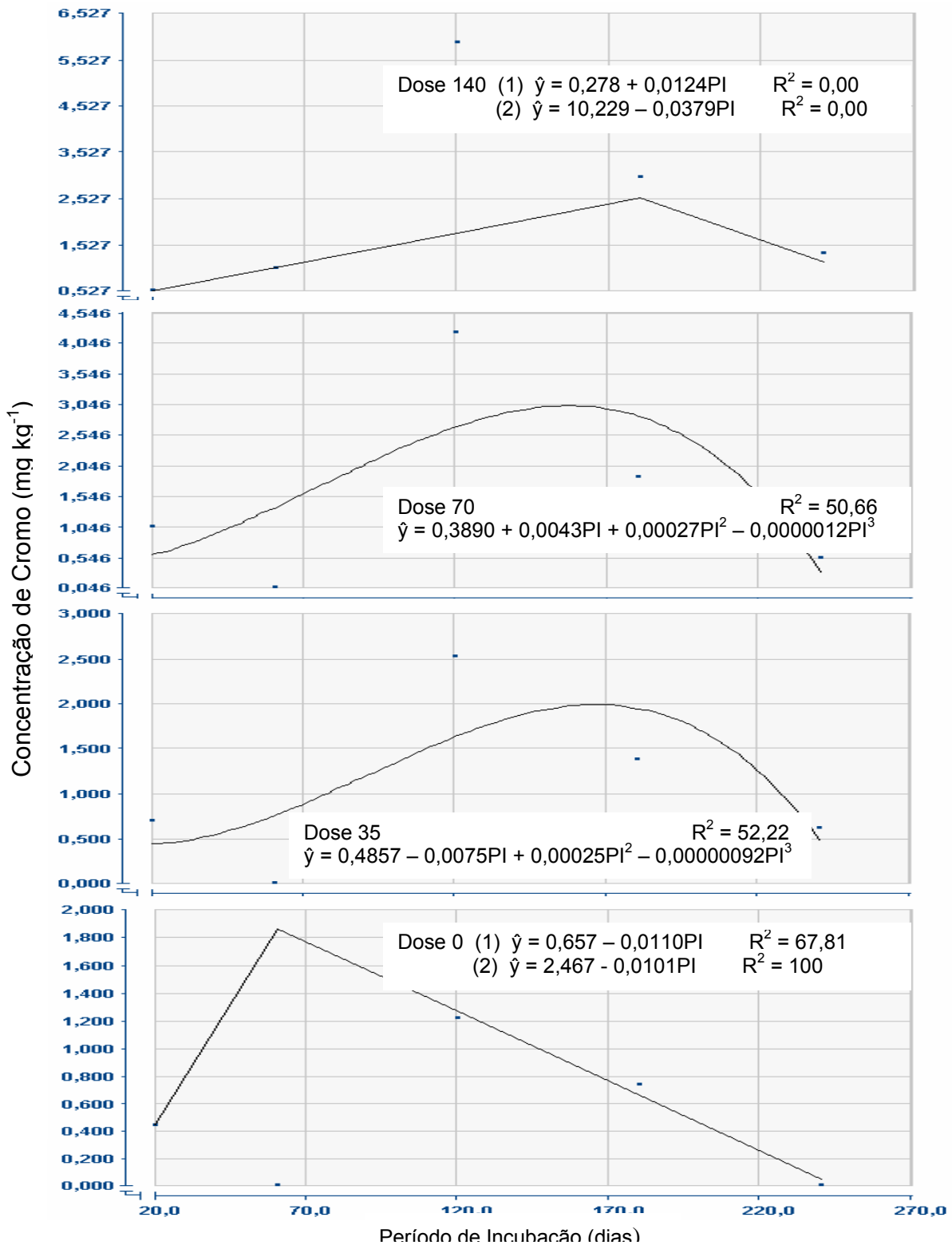


Figura 40: Estimativa da concentração de cromo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

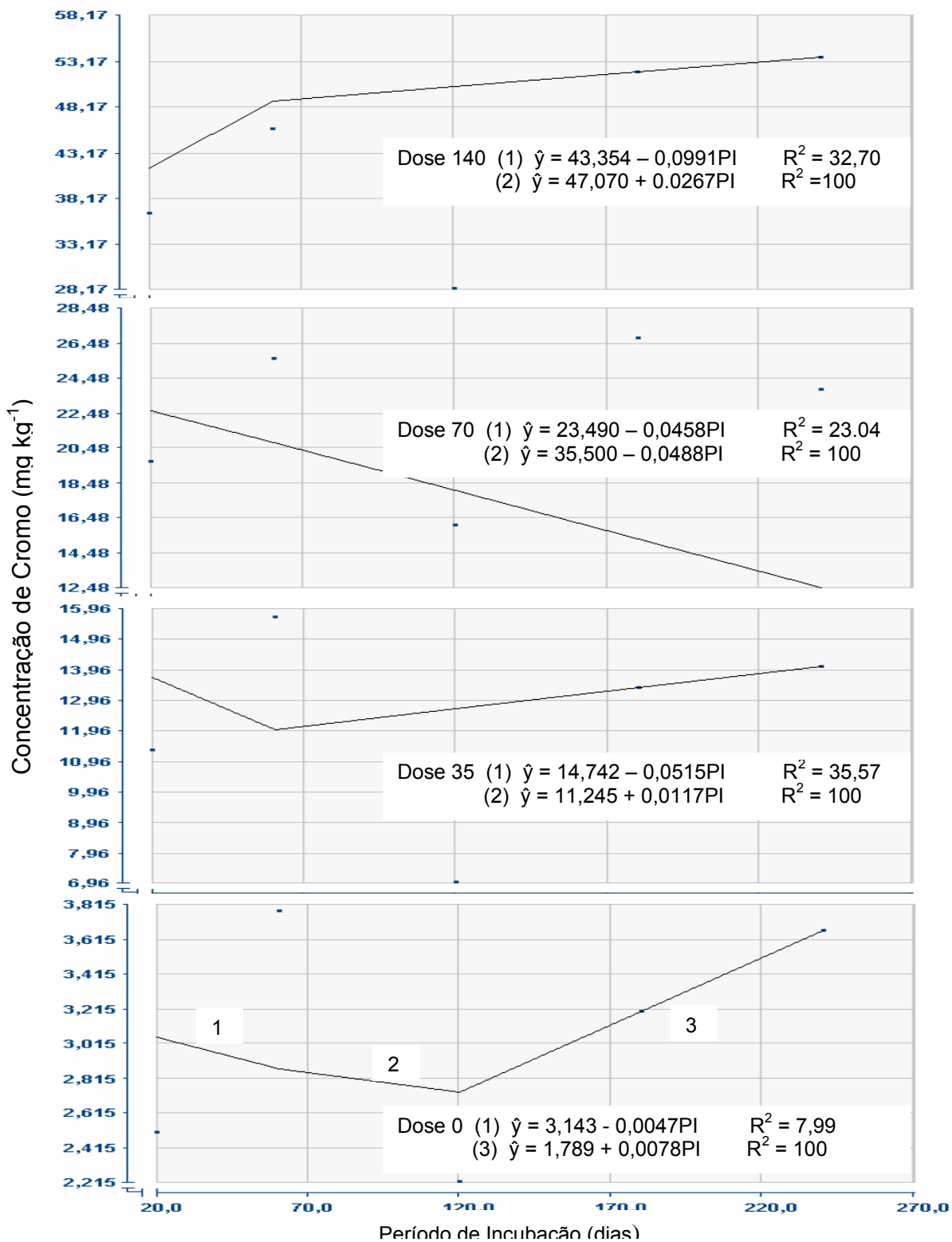


Figura 41: Estimativa da concentração de cromo na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

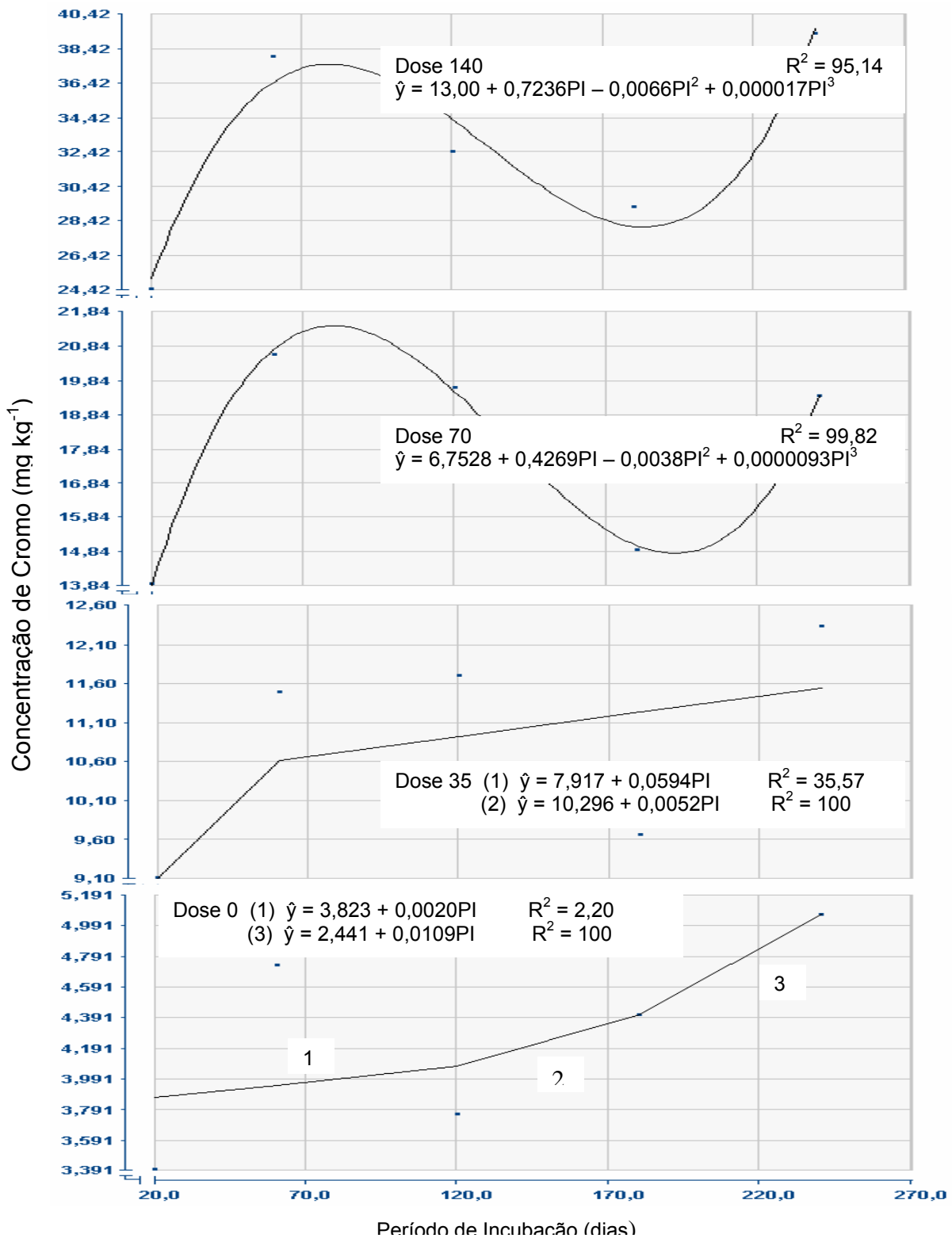


Figura 42: Estimativa da concentração de cromo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.

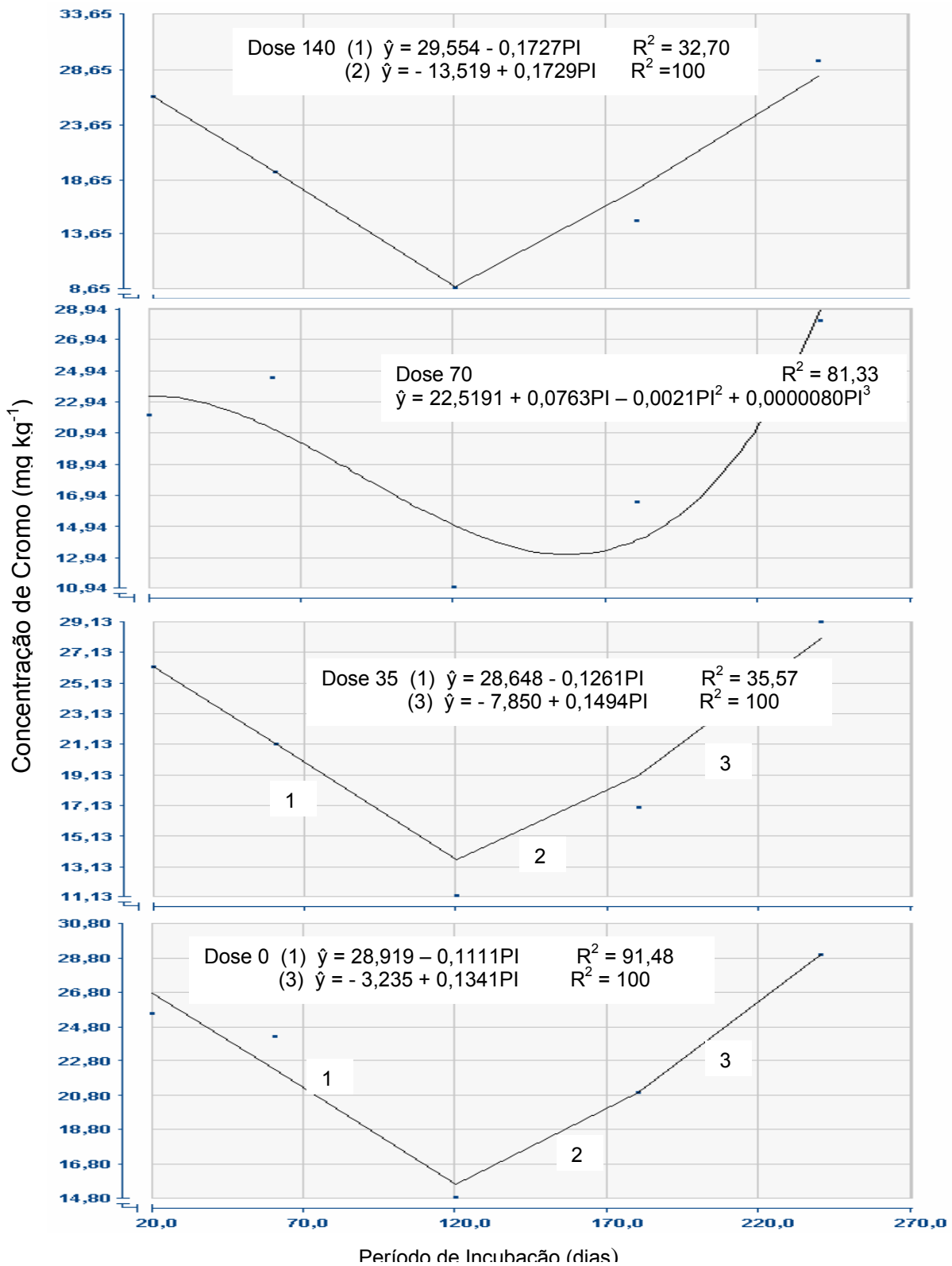


Figura 43: Estimativa da concentração de cromo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Na fração solúvel (figura 39), a concentração de cromo variou da mesma forma nas diferentes doses de biossólido adicionadas no solo sem calagem em função do aumento do tempo de incubação.

Na figura 40 da fração adsorvida apenas nas doses 35 e 70 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, a concentração do metal estudado se comportou da mesma maneira durante o período de incubação analisado.

Já a fração ligada a óxido de ferro e manganês (figura 41) teve diferente comportamento da concentração de cromo nas diferentes doses de biossólido aplicada no solo. Por exemplo, na dose de 70 t ha⁻¹ a concentração de cromo diminuiu com aumento do tempo de incubação.

Como pode ser visto na figura 42, fração orgânica, nas doses 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto a concentração de cromo variou da mesma forma durante todo o período de incubação analisado.

Na fração residual (figura 43), nas doses zero e 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto a concentração de cromo variou da mesma forma durante todo o período de incubação analisado, diminuindo até 120 dias de incubação e aumentando após esse período.

Observa-se, então, a migração do íon das frações solúvel e adsorvida para as outras três frações, pois, nos últimos dois meses de incubação, a concentração de cromo diminuiu nas frações solúvel e adsorvida, e a concentração do metal aumentou nas frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual.

Como aconteceu com os outros metais, a fração residual extraiu a maior concentração de cromo, mostrando a tendência do metal se estabilizar quando o lodo é adicionado no solo, pois no lodo de esgoto o metal se concentrava nas frações ligada a óxido de Fe e Mn e orgânica potencialmente disponíveis.

Como aconteceu no solo sem calagem na fração solúvel, na figura 44 da mesma fração no solo com aplicação de calcário, a concentração de cromo variou da mesma forma nas diferentes doses de biossólido adicionadas no solo em função do aumento do tempo de incubação e da mesma maneira que no solo sem calagem.

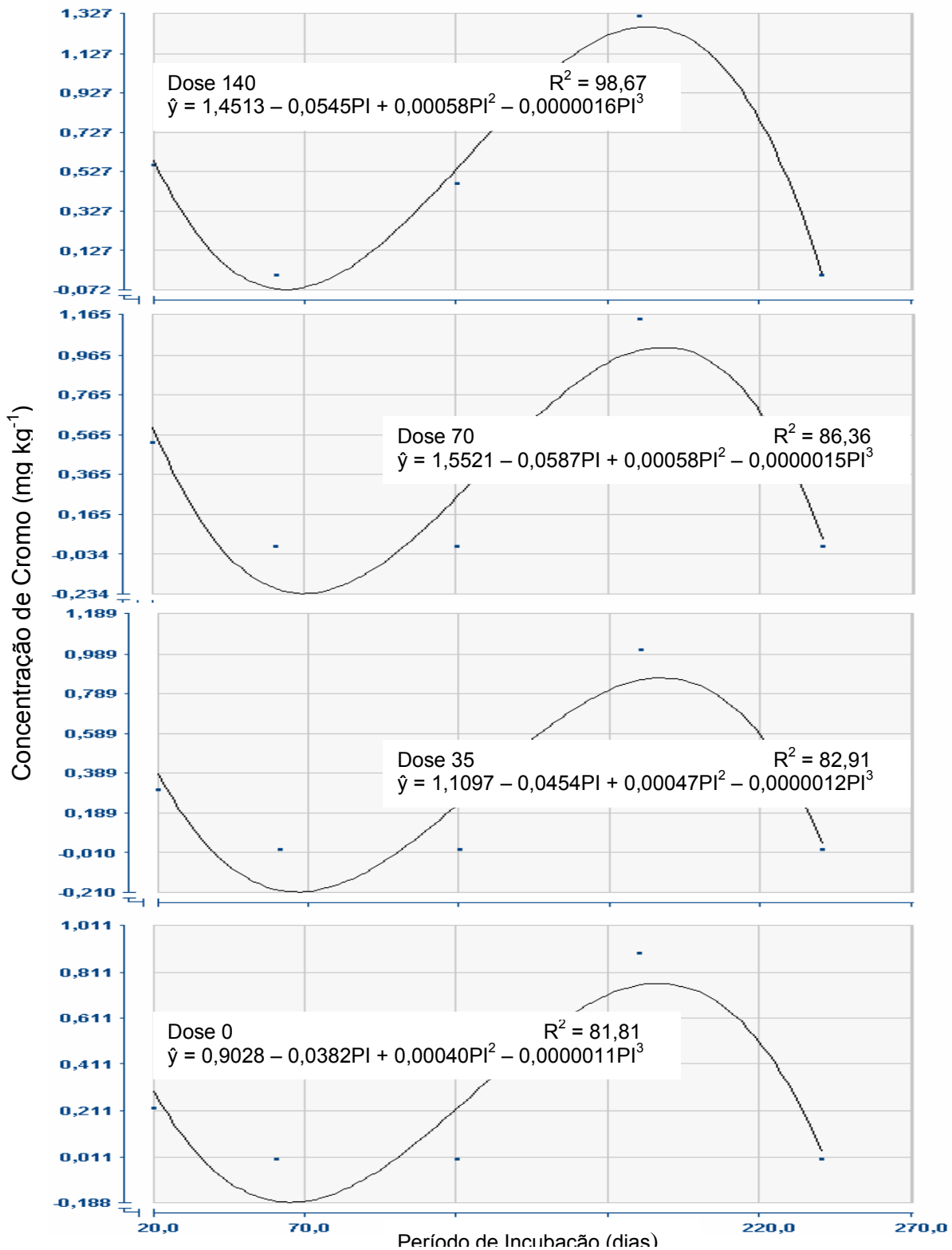


Figura 44: Estimativa da concentração de cromo na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

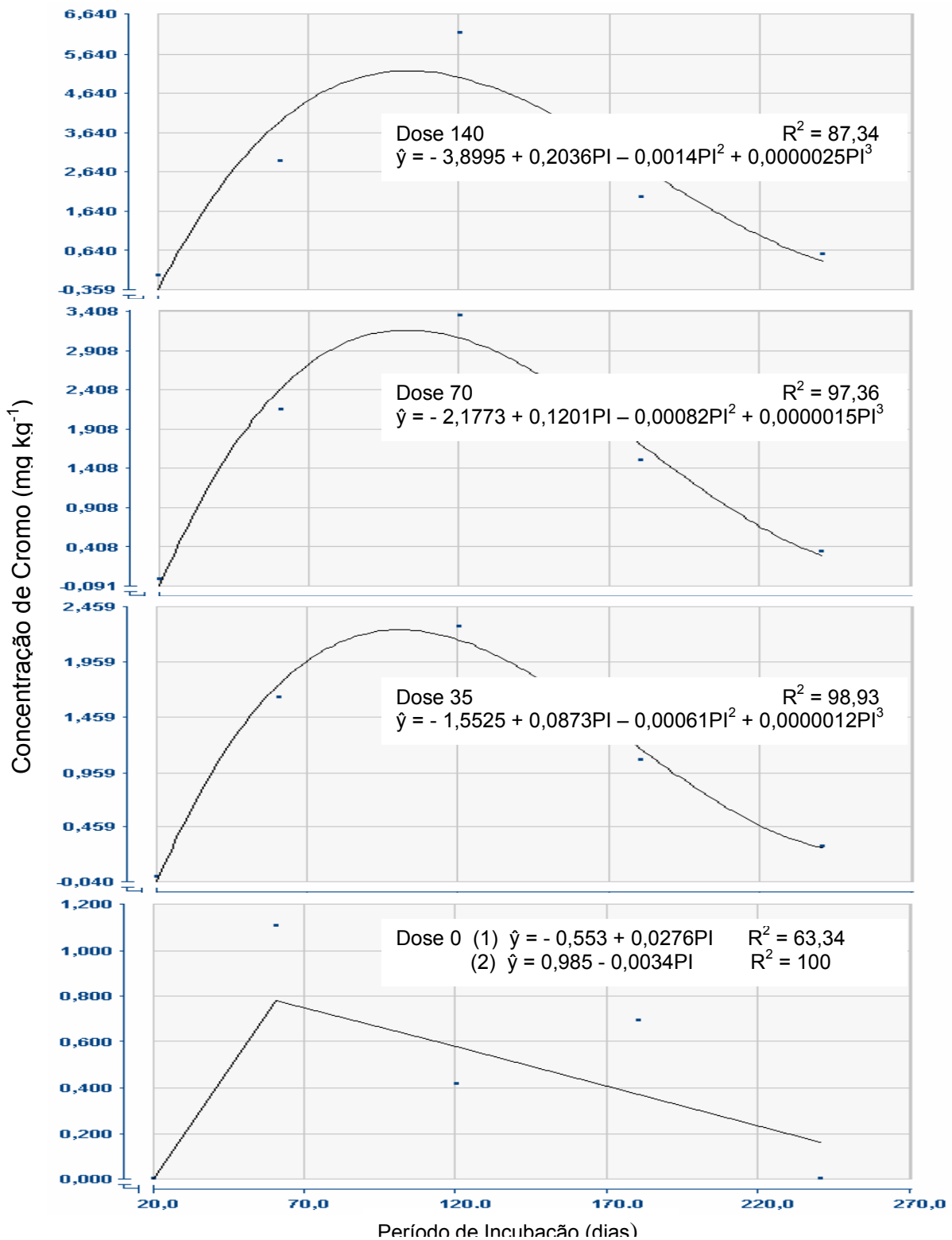


Figura 45: Estimativa da concentração de cromo na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

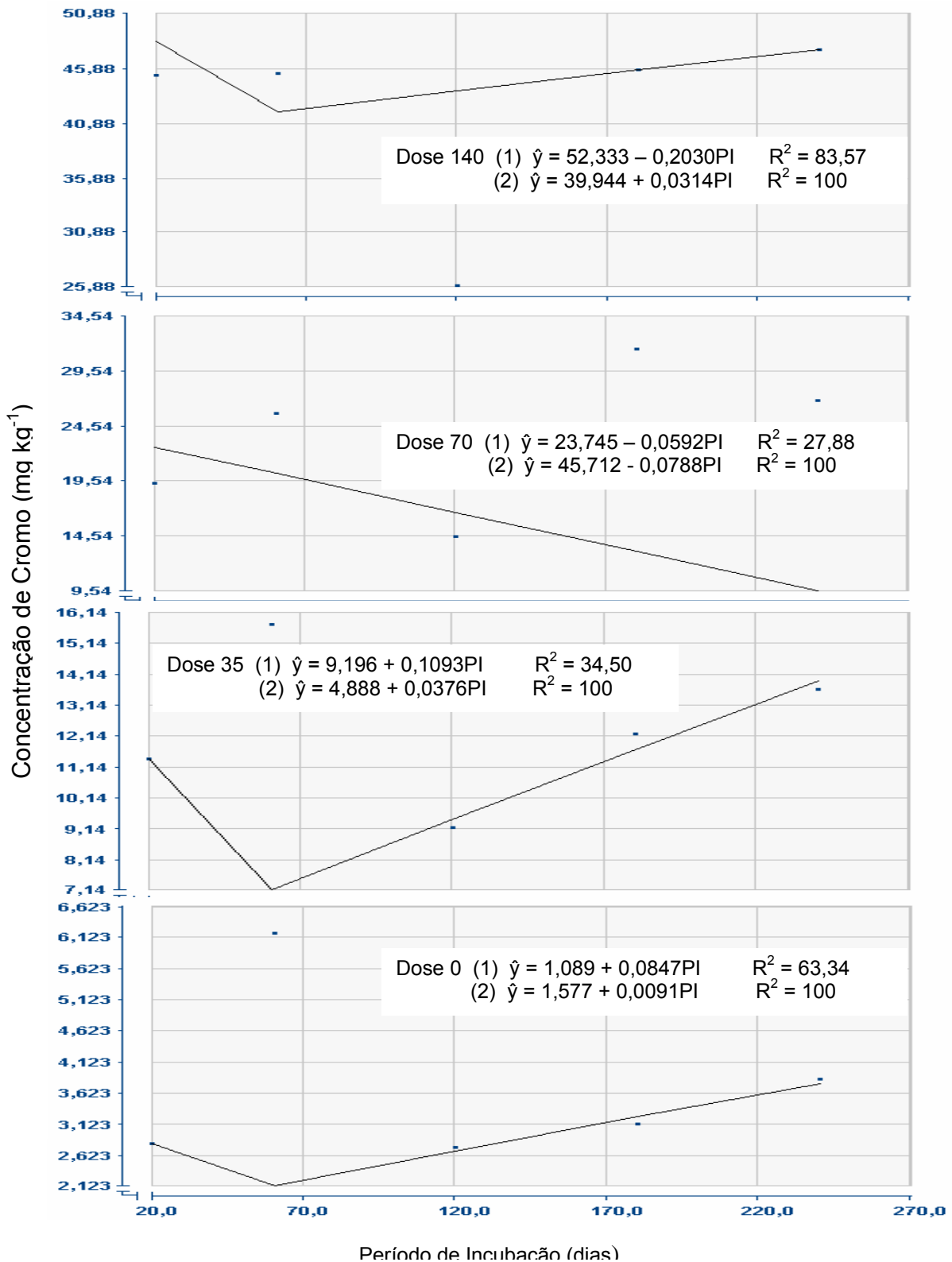


Figura 46: Estimativa da concentração de cromo na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

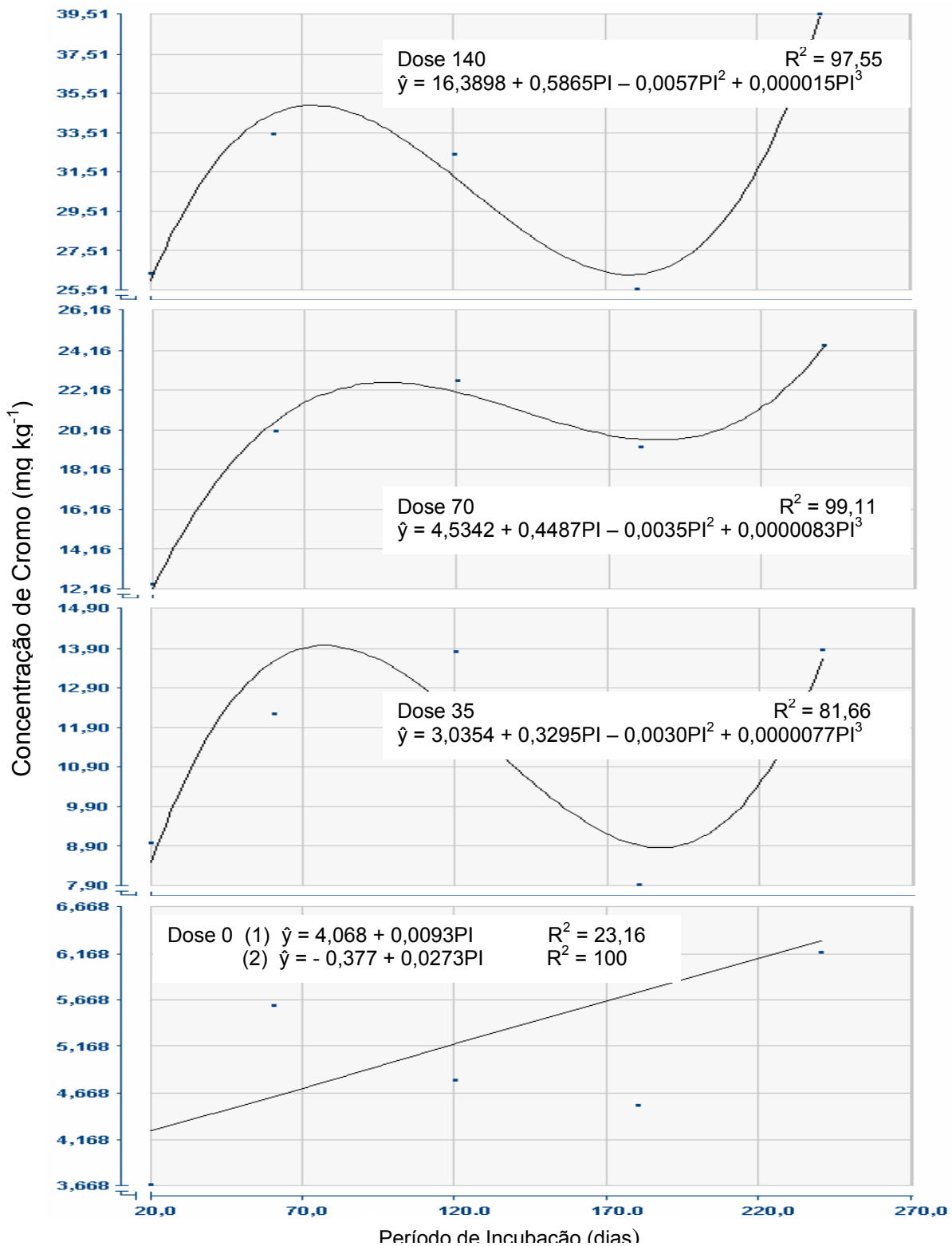


Figura 47: Estimativa da concentração de cromo na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

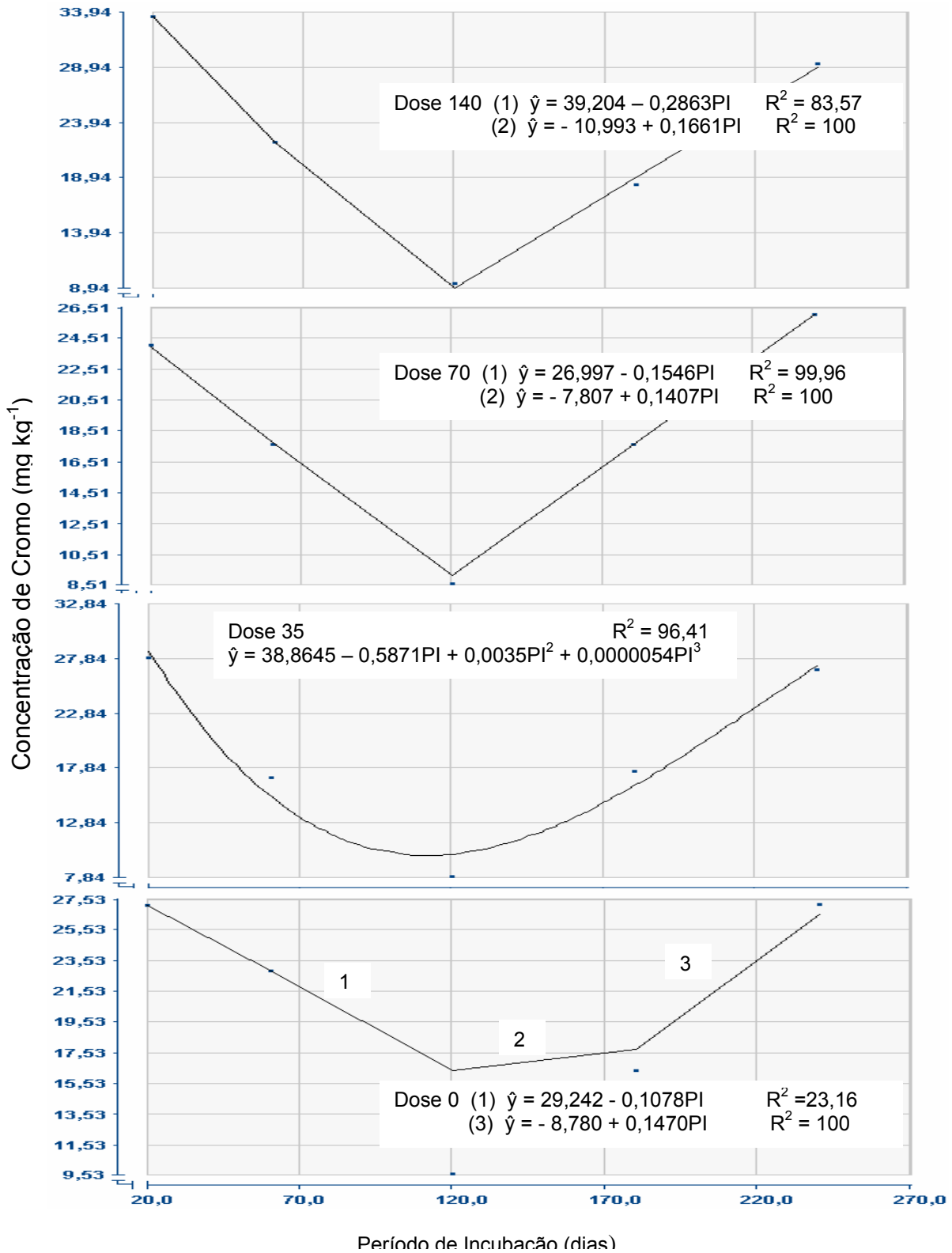


Figura 48: Estimativa da concentração de cromo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

Na fração adsorvida (figura 45), a concentração de cromo variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas doses 35, 70, e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto aplicadas no solo com calcário. Na dose zero, a concentração do metal aumentou no intervalo de 20 a 60 dias de incubação e diminuiu após esse período de incubação.

De acordo com a figura 46, fração ligada a óxido de ferro e manganês, nas doses zero, 35 e 140 t ha⁻¹ de biossólido a concentração de cromo diminuiu no intervalo de incubação de 20 a 60 dias e aumentou após esse período (60 a 240 dias). Já na dose de 70 t ha⁻¹ a concentração do metal diminuiu em função do aumento no tempo de incubação.

Na fração orgânica (figura 47), a concentração de cromo variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas doses 35, 70, e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto aplicadas no solo com calcário. Na dose zero, a concentração do metal aumentou durante todo período de incubação analisado.

Já na figura 48, fração residual, a concentração de cromo diminuiu no intervalo de 20 a 120 dias de incubação e aumentou nos outros 120 dias de incubação. Porém essa variação da concentração ocorreu da mesma forma apenas nas doses 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto.

Confirmando o que foi dito para solo sem calagem, observa-se, então, a migração do íon das frações solúvel e adsorvida para as outras três frações, pois, nos últimos dois meses de incubação, a concentração de cromo diminuiu nas frações solúvel e adsorvida, e a concentração do metal aumentou nas frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual.

Nota-se também que a fração residual extraiu a maior concentração de cromo, mostrando a tendência do metal se estabilizar quando o lodo é adicionado no solo.

4.4.5. Manganês

Pelo quadro de análise de variância (quadro 19), pode-se notar que em todas as frações a concentração de manganês foi influenciada pela adição de calcário. Apenas na fração residual esta influência foi significativa a 5 % de probabilidade, enquanto nas outras frações foi a 5 e 1 % de significância.

Como pode ser visto no quadro 19, nas frações orgânica e residual, a concentração de manganês não sofreu efeito das doses de lodo de esgoto no solo sem calagem, e no solo com calagem, apenas na fração residual o efeito das doses na concentração do metal não foi significativo.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 19, não foi significativo na fração solúvel na dose zero de biossólido do solo sem calagem, e na dose 35 t ha⁻¹ do solo com calagem. Já na fração adsorvida o período de incubação não influenciou a concentração de manganês na dose 35 t ha⁻¹ de biossólido do solo sem calagem. Em todas as outras frações, a concentração de manganês sofreu efeito do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto tanto no solo sem calagem quanto no solo com aplicação de calcário.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Observando o efeito do aumento das doses de lodo de esgoto no solo sem aplicação de calcário, nenhuma das frações sofreu esta influência na concentração de manganês pelo teste F da regressão.

Já no solo com calagem, apenas nas frações solúvel e orgânica (figura 49) a concentração do metal foi influenciada pelo aumento das doses de biossólido aplicadas.

Quadro 19: Análise de variância do manganês nas cinco frações: solúvel (Mn 1), adsorvida (Mn 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Mn 3), orgânica (Mn 4) e residual (Mn 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Mn 1	Mn 2	Mn 3	Mn 4	Mn 5
REP	3	0,870609 ^{ns}	5,262842 ^{**}	2,790691 ^{ns}	2,932093 ^{ns}	4,575823 ^{ns}
CAL	1	121,0451 ^{**}	374,8047 ^{**}	1094,169 ^{**}	70,60583 ^{**}	535,3249 [*]
DL d/cal 0	3	365,7386 ^{**}	9,917345 ^{**}	68,66464 ^{**}	4,770726 ^{ns}	139,2087 ^{ns}
DL d/cal 1	3	113,3123 ^{**}	27,71619 ^{**}	214,2537 ^{**}	27,19167 ^{**}	137,7700 ^{ns}
Resíduo (a)	21	1,788646	1,509897	2,077411	1,762089	69,336851
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,362523 ^{ns}	5,608511 [*]	33,39397 ^{**}	9,646921 ^{**}	2818,524 ^{**}
PI d/DL 35 d/cal 0	4	32,82614 ^{**}	2,076603 ^{ns}	74,67924 ^{**}	16,01193 ^{**}	2771,922 ^{**}
PI d/DL 70 d/cal 0	4	66,40031 ^{**}	24,95909 ^{**}	124,0886 ^{**}	42,21900 ^{**}	2706,941 ^{**}
PI d/DL 140 d/cal 0	4	60,76667 ^{**}	26,86663 ^{**}	128,9369 ^{**}	51,35110 ^{**}	2271,972 ^{**}
PI d/DL 0 d/cal 1	4	51,90869 ^{**}	49,86344 ^{**}	231,1407 ^{**}	67,03929 ^{**}	2915,008 ^{**}
PI d/DL 35 d/cal 1	4	6,922869 ^{ns}	88,31446 ^{**}	214,1738 ^{**}	90,47732 ^{**}	3250,208 ^{**}
PI d/DL 70 d/cal 1	4	22,76586 ^{**}	112,3993 ^{**}	376,5237 ^{**}	103,5342 ^{**}	2979,184 ^{**}
PI d/DL 140 d/cal 1	4	8,258122 [*]	228,5155 ^{**}	526,4234 ^{**}	345,0625 ^{**}	2639,323 ^{**}
Resíduo (b)	96	2,902130	1,903472	3,729994	1,825350	86,01534
C.V. (a) (%)		33,570	40,886	17,518	66,392	9,487
C.V. (b) (%)		42,761	45,906	23,473	67,574	10,566

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

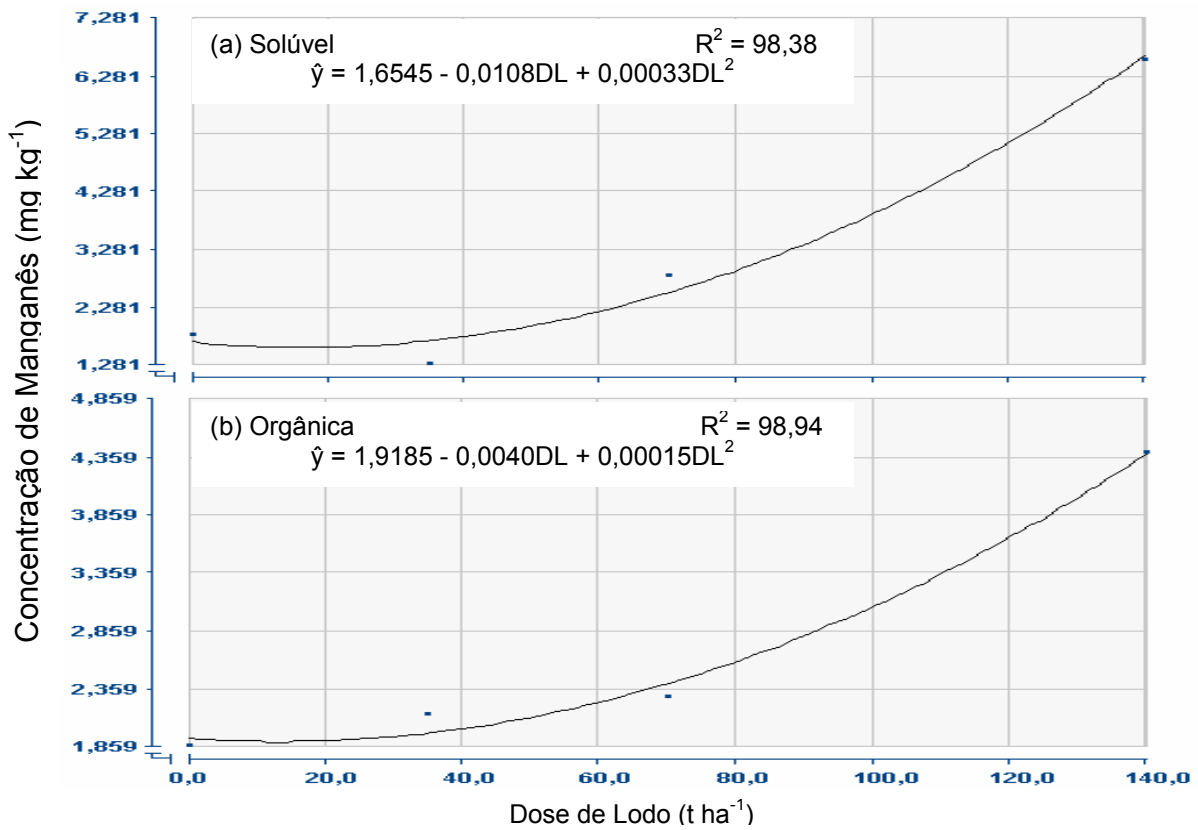


Figura 49: Estimativa da concentração de manganês e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a) e orgânica (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

Nas duas frações, solúvel e orgânica, a concentração de manganês aumentou devido ao aumento na doses de lodo de esgoto aplicadas nos solos que tiveram aplicação de calcário.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática e estas equações de regressão se encontram na figura 49.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 50 a 59.

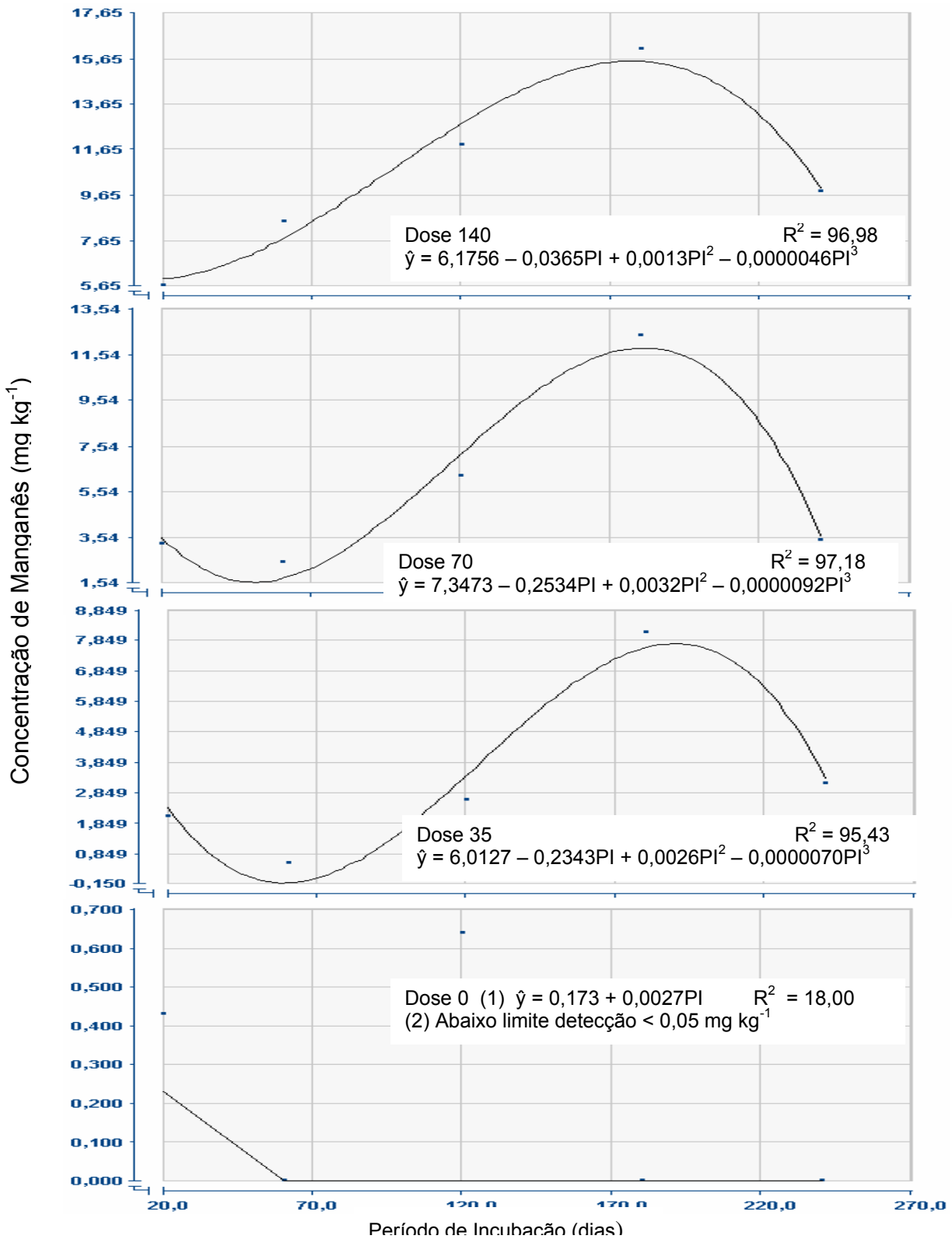


Figura 50: Estimativa da concentração de manganês na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

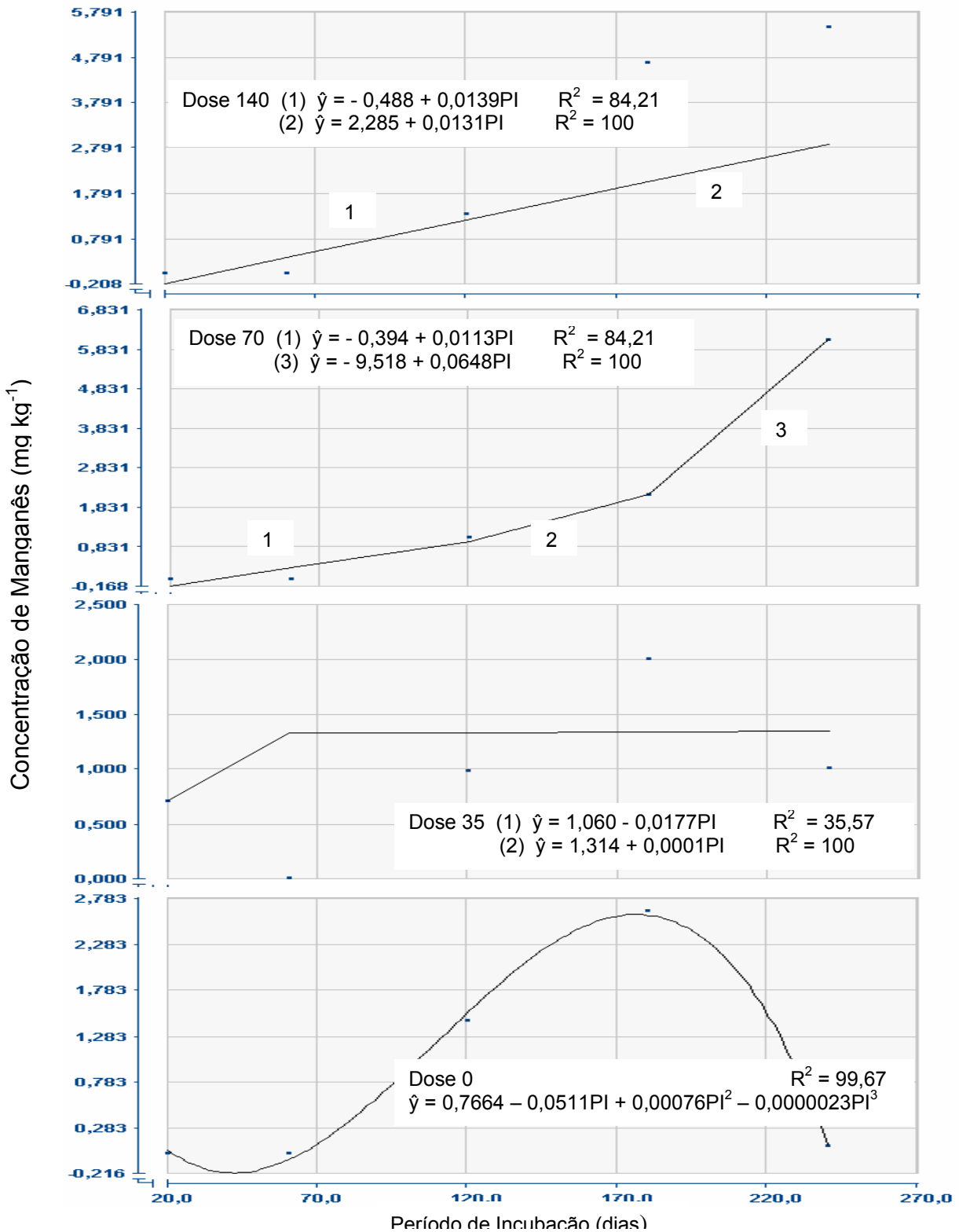


Figura 51: Estimativa da concentração de manganês na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

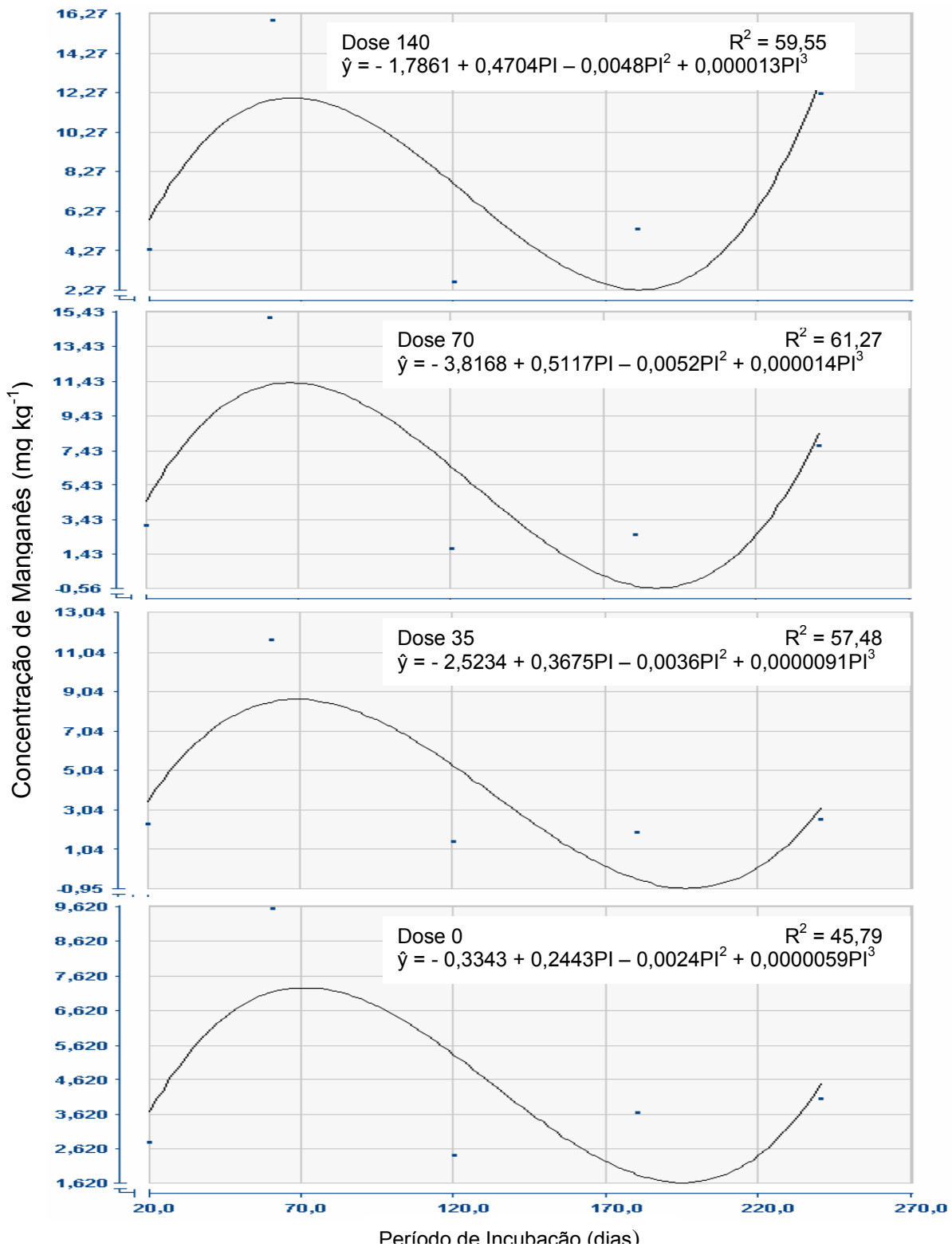


Figura 52: Estimativa da concentração de manganês na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

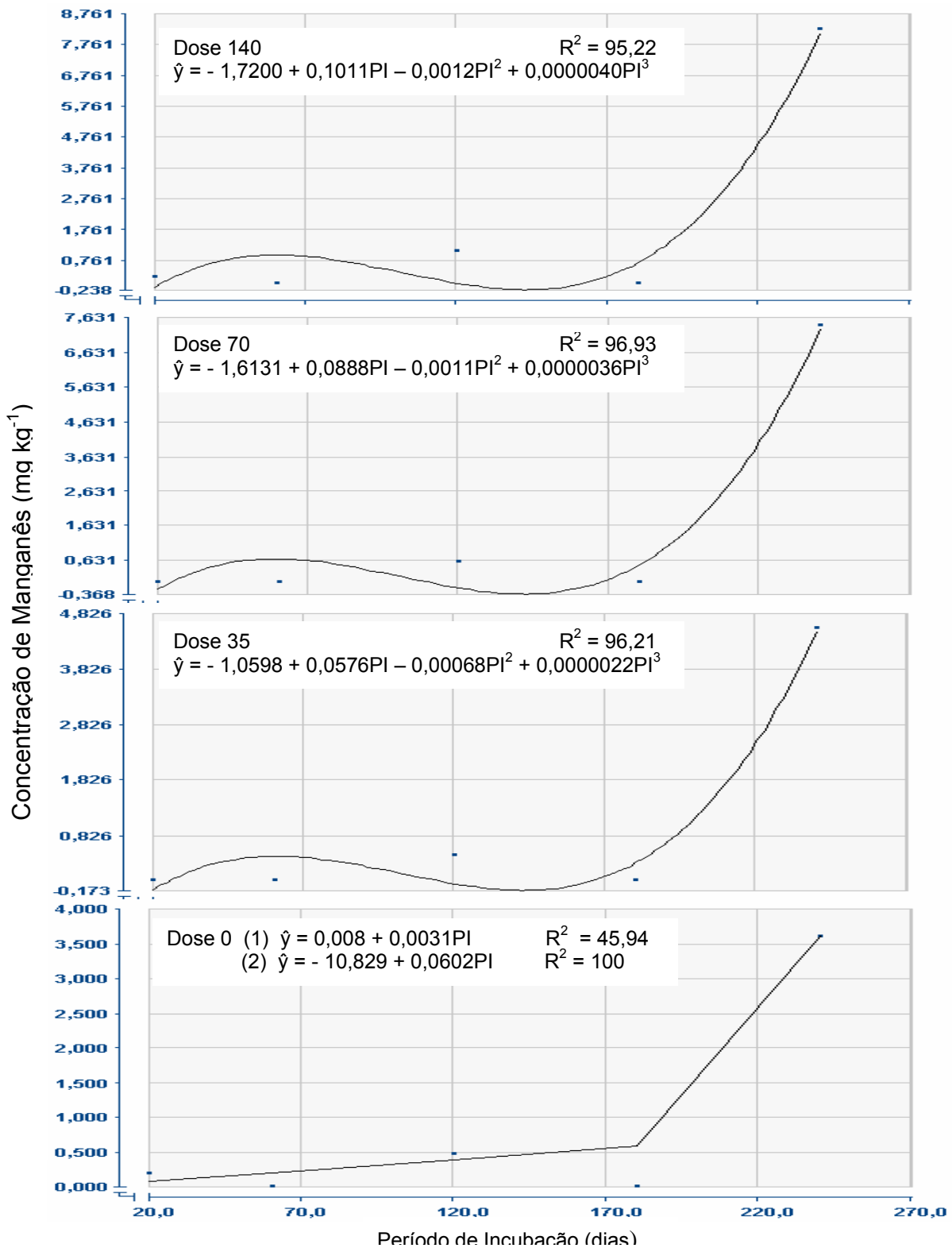


Figura 53: Estimativa da concentração de manganês na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

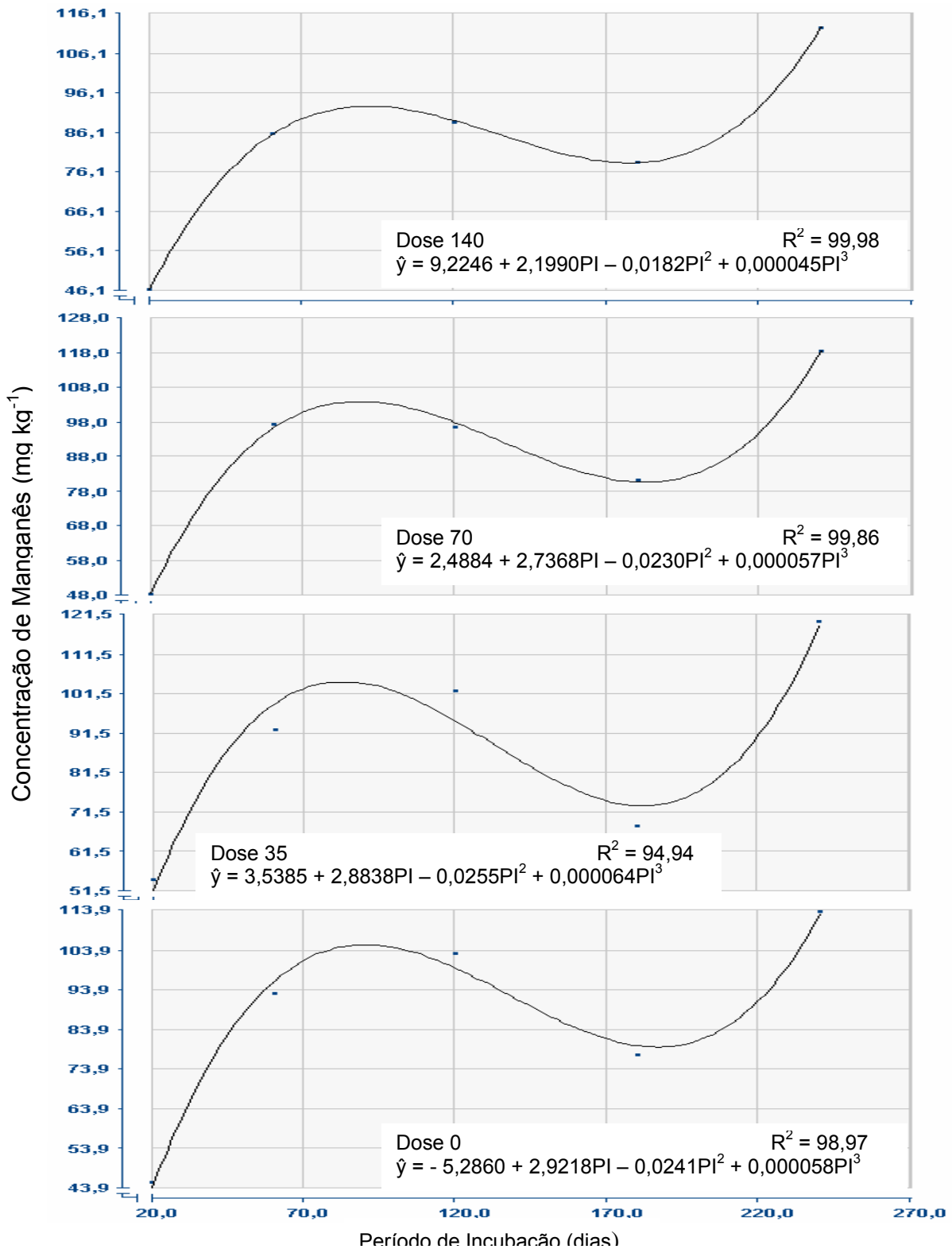


Figura 54: Estimativa da concentração de manganês na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Na fração solúvel (figura 50), a concentração de manganês variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto no solo sem calagem. Na dose zero a concentração do metal diminuiu com aumento no tempo de incubação chegando a ficar abaixo do limite de detecção do espectrofotômetro de absorção atômica a partir do 60 dias de incubação, permanecendo assim até o final do estudo.

De acordo com a figura 51, fração adsorvida, a concentração de manganês variou de maneira diferente durante todo o período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto. Por exemplo, nas doses 70 e 140 t ha⁻¹ a concentração do íon aumentou durante todo o experimento, sendo que na dose de 140 t ha⁻¹ o aumento foi praticamente constante.

Na figura 52, fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração de manganês variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas diferentes doses de biossólido aplicadas no solo.

Já na fração orgânica (figura 53), a concentração de manganês variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto no solo sem calagem. Na dose zero a concentração do metal aumentou com aumento no tempo de incubação.

Na figura 54, fração residual, a concentração de manganês variou da mesma maneira durante todo o período de incubação nas diferentes doses de biossólido aplicadas no solo.

Observa-se, então, no geral, a migração do íon da fração solúvel para as outras frações, pois, nos últimos 40 dias de incubação, a concentração de manganês diminuiu na fração solúvel, e a concentração do metal aumentou nas frações adsorvida (exceto na dose zero), ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual.

Como aconteceu com os outros metais, a fração residual extraiu a maior concentração de manganês, mostrando a tendência do metal se estabilizar quando o lodo é adicionado no solo, pois no lodo de esgoto o metal se concentrava na fração solúvel, potencialmente disponível.

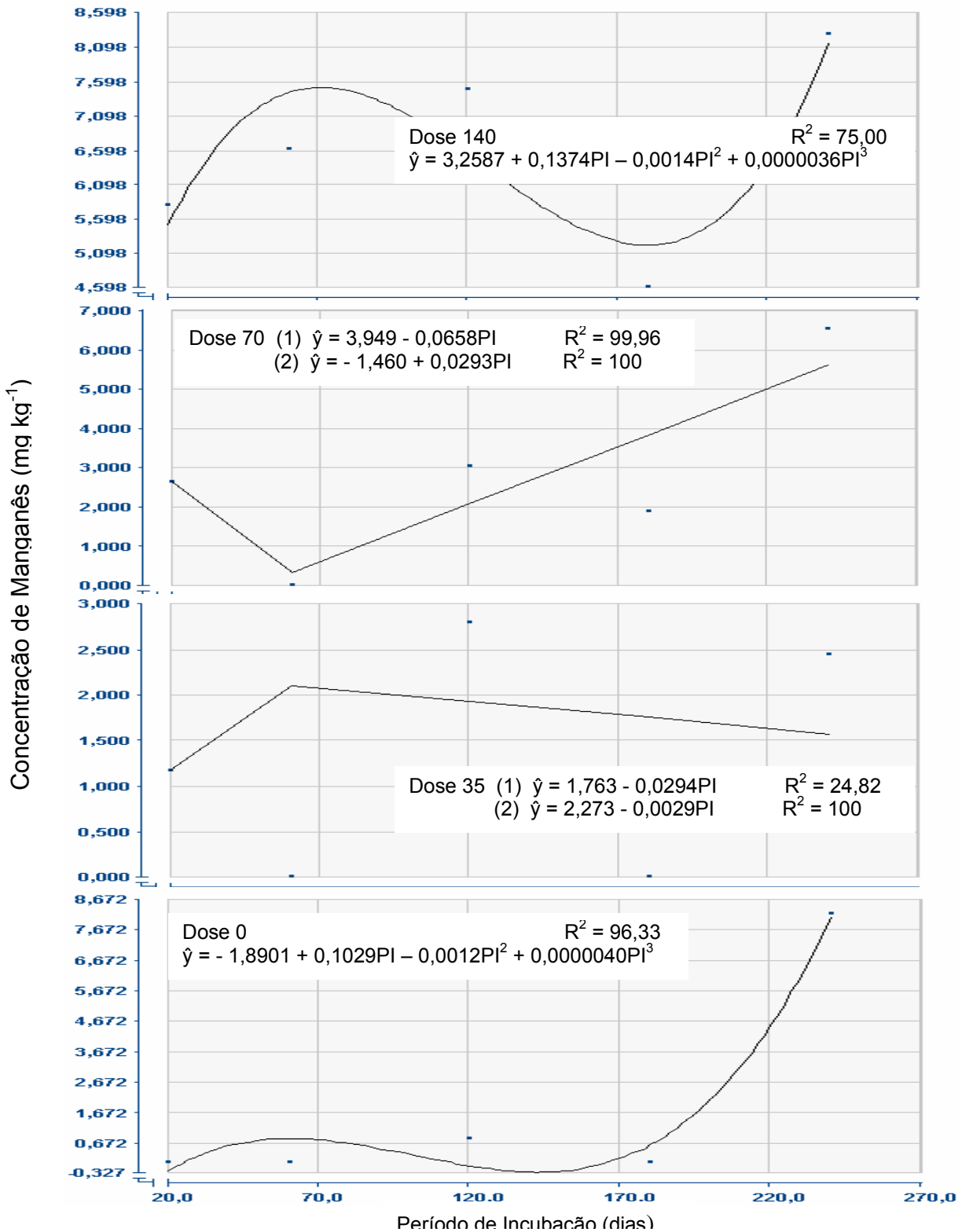


Figura 55: Estimativa da concentração de manganês na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

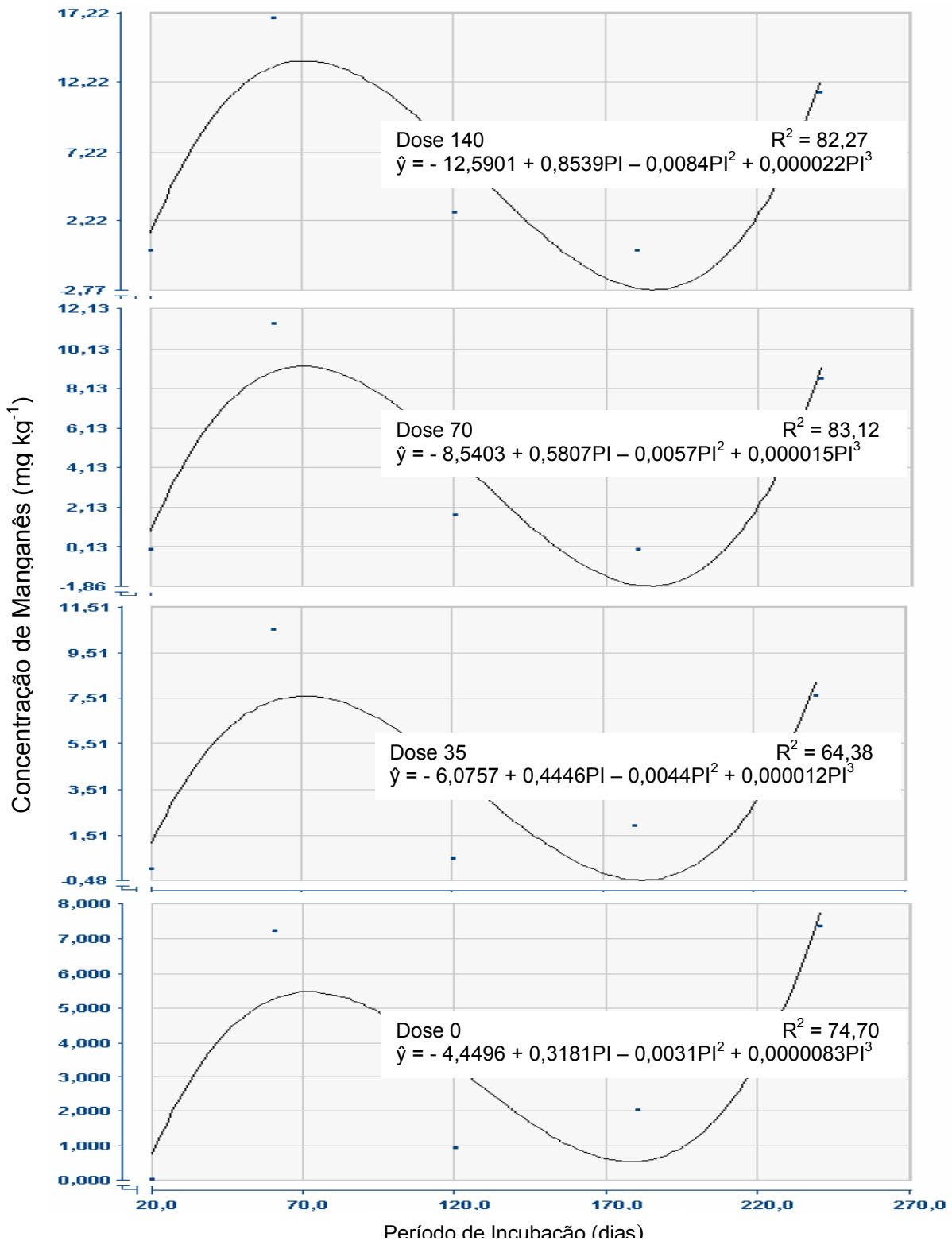


Figura 56: Estimativa da concentração de manganês na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

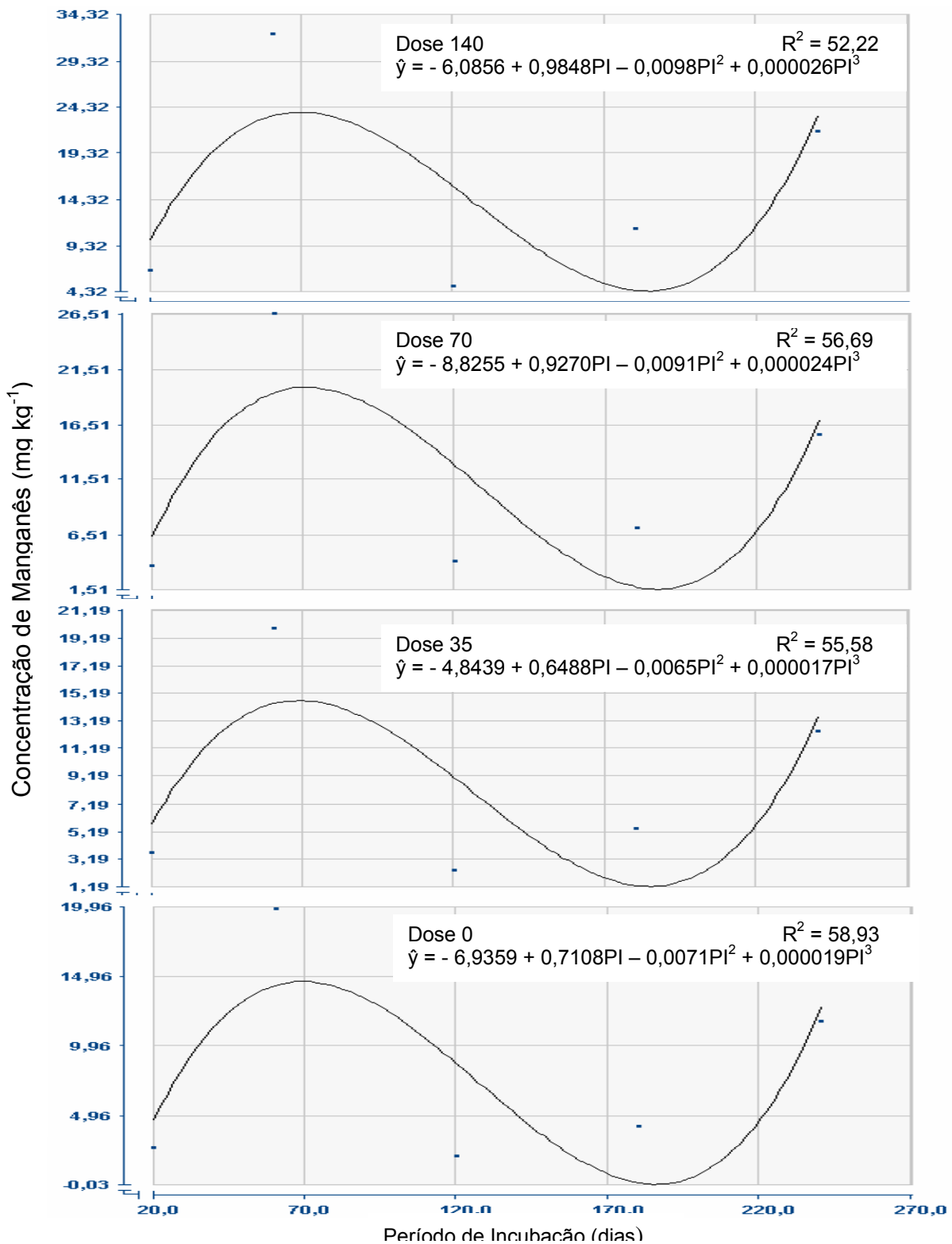


Figura 57: Estimativa da concentração de manganês na fração ligado a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

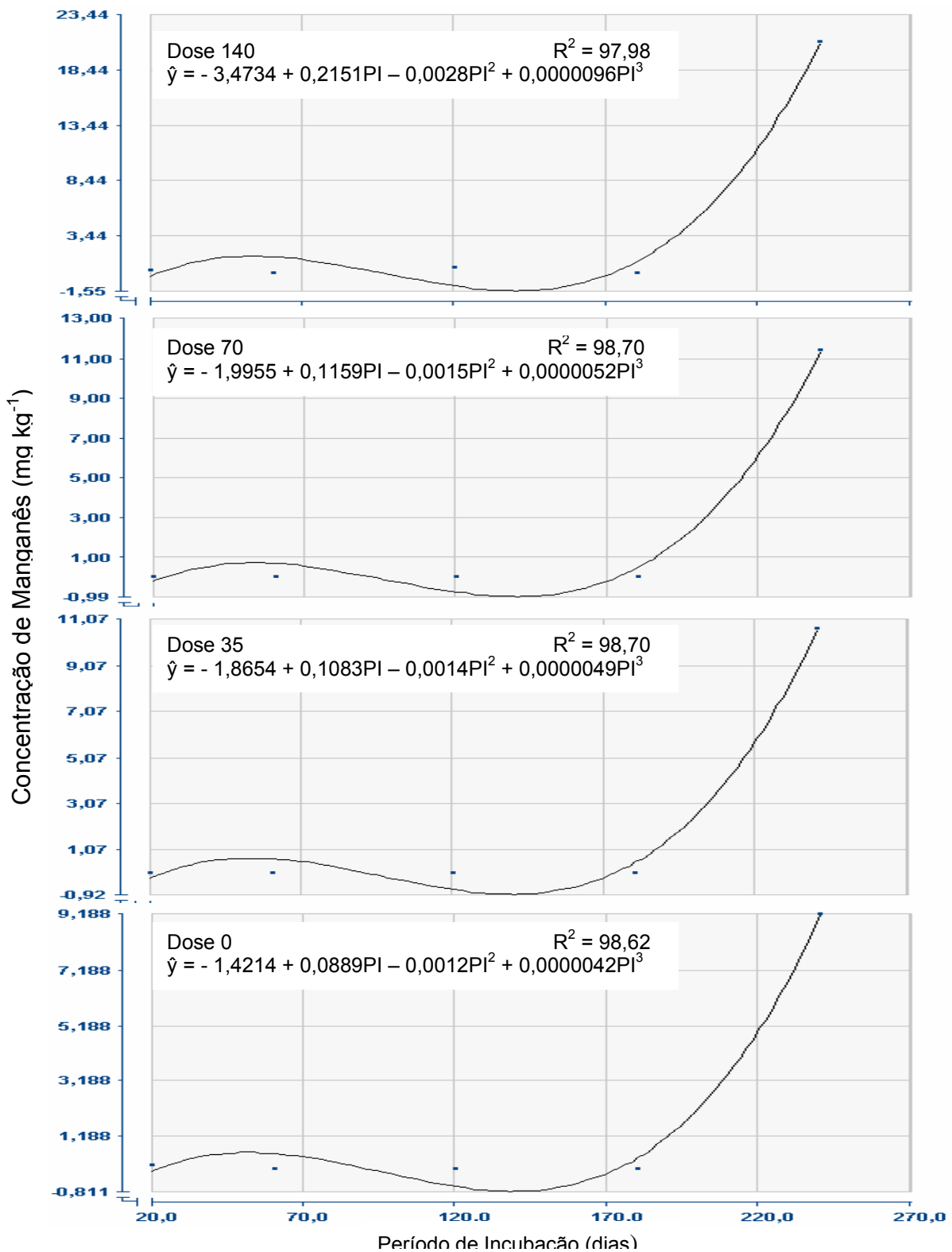


Figura 58: Estimativa da concentração de manganês na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

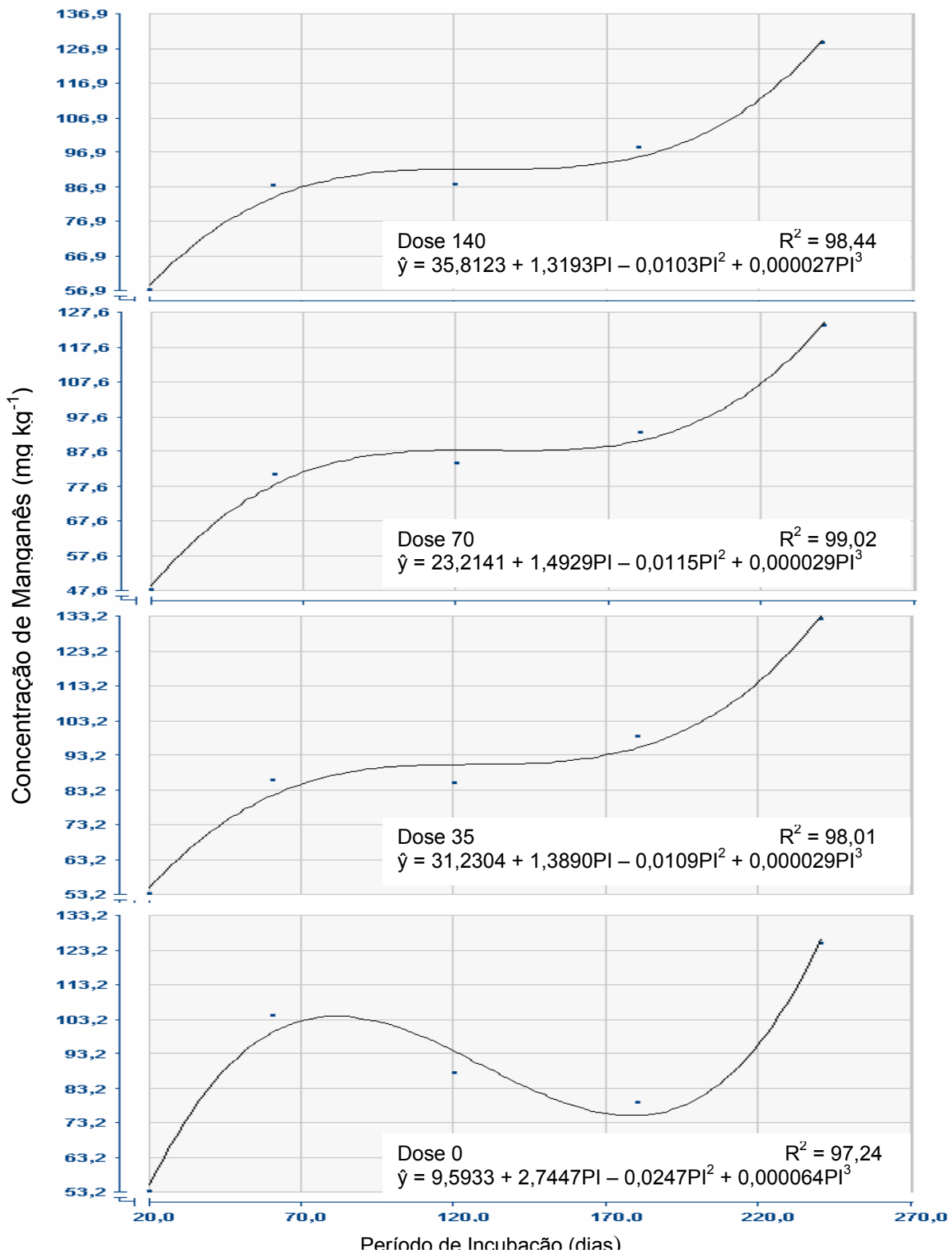


Figura 59: Estimativa da concentração de manganês na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

Na fração solúvel (figura 55), a concentração de manganês variou de forma diferente durante todo o período de incubação em todas doses de lodo de esgoto no solo com calagem. Na dose 35 t ha⁻¹ a concentração do metal aumentou com aumento no tempo de incubação no intervalo de 20 a 60 dias, após esse período a concentração do metal diminuiu. E foi justamente o inverso que ocorreu na dose 70 t ha⁻¹.

De acordo com as figuras 56, 57 e 58 das frações adsorvida, ligada a óxido de ferro e manganês e orgânica respectivamente, a concentração de manganês variou da mesma forma durante todo o período de incubação nas diferentes doses de biossólido aplicadas no solo em cada uma das frações.

Na figura 59, fração residual, a concentração de manganês variou da mesma maneira durante todo o período de incubação nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto no solo com calagem. Nestas doses a concentração de manganês aumentou praticamente durante os 240 dias de incubação.

No intervalo de 200 a 240 dias de incubação, na dose 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, a concentração de manganês aumentou em todas as frações exceto na fração solúvel, mostrando que a migração do íon ocorreu desta fração para as outras quatro frações (adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual).

4.4.6. Níquel

Pelo quadro de análise de variância (quadro 20), pode-se notar que nas frações orgânica e residual a concentração de níquel não foi influenciada pela adição de calcário.

Na fração adsorvida, a concentração do metal permaneceu constante e abaixo do limite de detecção da absorção atômica durante todo o estudo. O mesmo aconteceu na fração solúvel nas doses zero e 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem e na dose 35 t ha⁻¹ do solo com aplicação de calcário.

Como pode ser visto no quadro 20, apenas na fração orgânica a concentração de níquel não sofreu efeito das doses de lodo de esgoto no solo sem calagem.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 20, não foi significativo somente na fração ligada a óxido de ferro e manganês na dose zero de biossólido do solo sem calagem.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Observando o efeito do aumento das doses de lodo de esgoto no solo sem aplicação de calcário, nenhuma das frações sofreu esta influência na concentração de níquel pelo teste F da regressão.

Já no solo com aplicação de calcário apenas nas frações solúvel e residual a concentração de níquel sofreu efeito em função das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, como mostrado na figura 60.

Quadro 20: Análise de variância do níquel nas cinco frações: solúvel (Ni 1), adsorvida (Ni 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Ni 3), orgânica (Ni 4) e residual (Ni 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Ni 1	Ni 2	Ni 3	Ni 4	Ni 5
REP	3	0,000746 ^{ns}		0,482047 ^{ns}	0,026040 ^{ns}	7,722448 ^{ns}
CAL	1	0,007346**		5,076604**	0,201552 ^{ns}	5,163301 ^{ns}
DL d/cal 0	3	0,002785**		2,846222**	0,112278 ^{ns}	45,49653**
DL d/cal 1	3	0,009758**		1,252347**	0,282644**	53,18018**
Resíduo (a)	21	0,000292		0,221191	0,505340	9,307973
PI d/DL 0 d/cal 0	4			0,592006 ^{ns}	0,963842**	352,6101**
PI d/DL 35 d/cal 0	4			1,511462**	1,596863**	571,8844**
PI d/DL 70 d/cal 0	4	0,009228**		2,146893**	1,523387**	159,1318**
PI d/DL 140 d/cal 0	4	0,007431**		4,254849**	2,056604**	213,4397**
PI d/DL 0 d/cal 1	4	0,003453**		4,523313**	0,581728**	237,4449**
PI d/DL 35 d/cal 1	4			6,401122**	1,725320**	165,0136**
PI d/DL 70 d/cal 1	4	0,019172**		7,523426**	0,836583**	225,2162**
PI d/DL 140 d/cal 1	4	0,051739**		9,418235**	2,153830**	350,2032**
Resíduo (b)	96	0,000348		0,268100	0,045336	10,12238
C.V. (a) (%)		100,680		34,799	68,219	9,060
C.V. (b) (%)		110,040		38,313	64,611	9,448

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

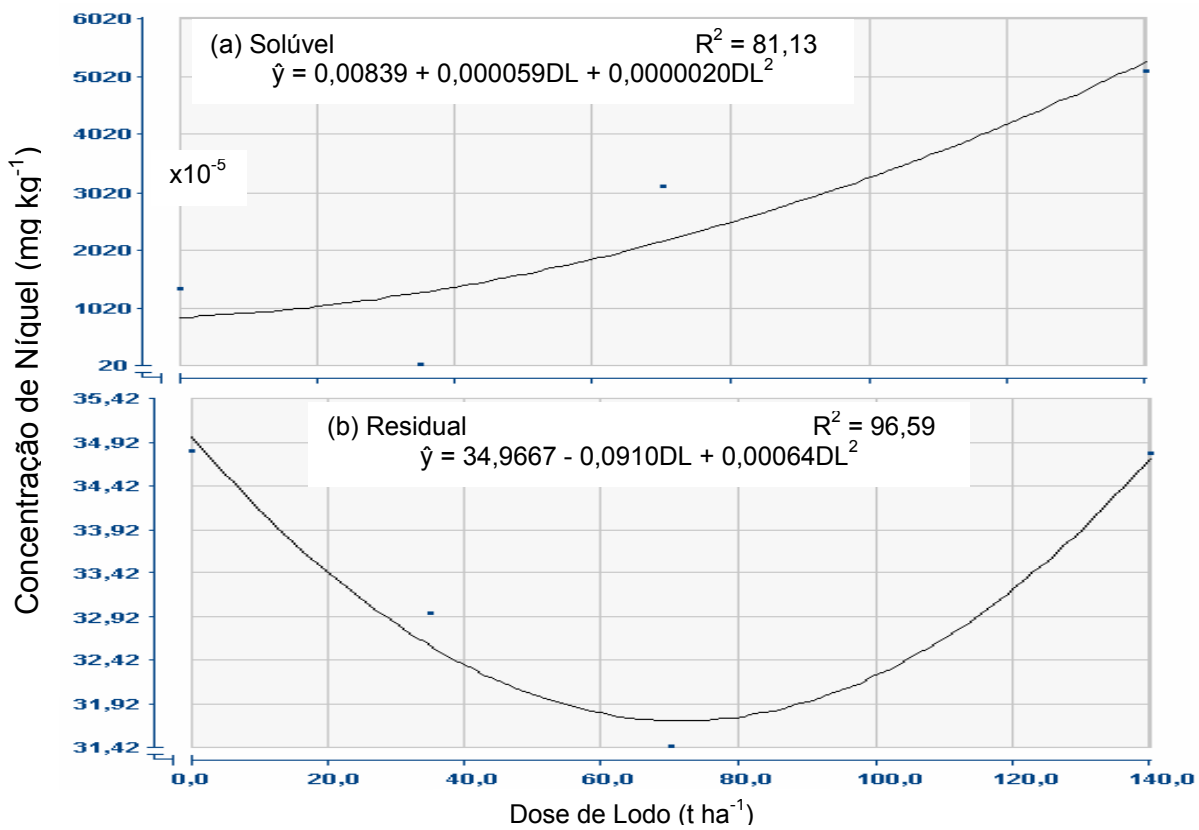


Figura 60: Estimativa da concentração de níquel e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a) e residual (b) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

Na fração solúvel (figura 60(a)) a concentração de níquel aumentou devido ao aumento na doses de lodo de esgoto aplicadas nos solos que tiveram aplicação de calcário. Já na fração residual (figura 60(b)), a concentração do metal diminuiu com aumento das doses até 71 t ha^{-1} e a concentração passou a aumentar após essa dosagem até a dose máxima de bio sólido aplicada.

As equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi à quadrática e estas equações de regressão se encontram na figura 60.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 61 a 70.

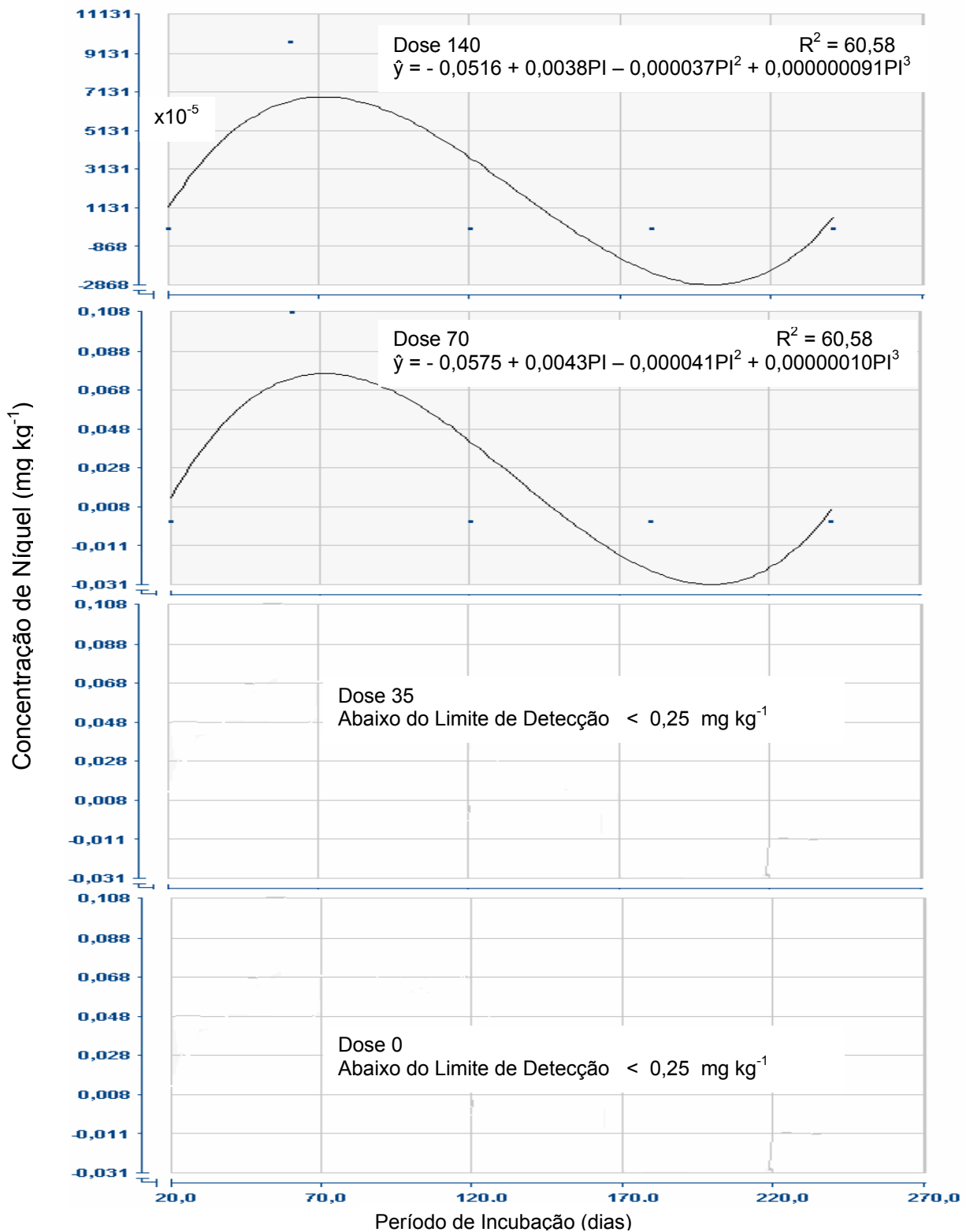


Figura 61: Estimativa da concentração de níquel na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

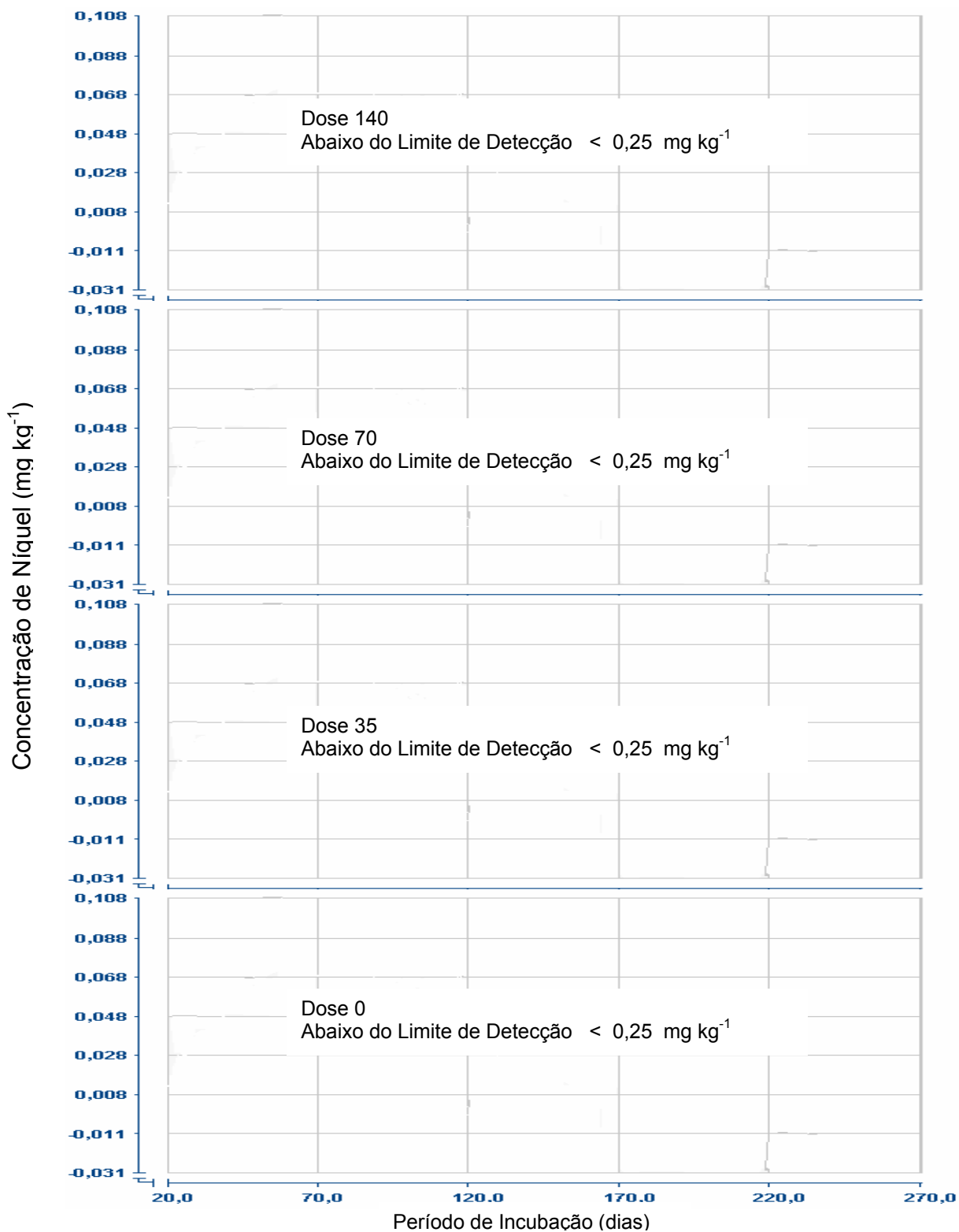


Figura 62: Estimativa da concentração de níquel na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

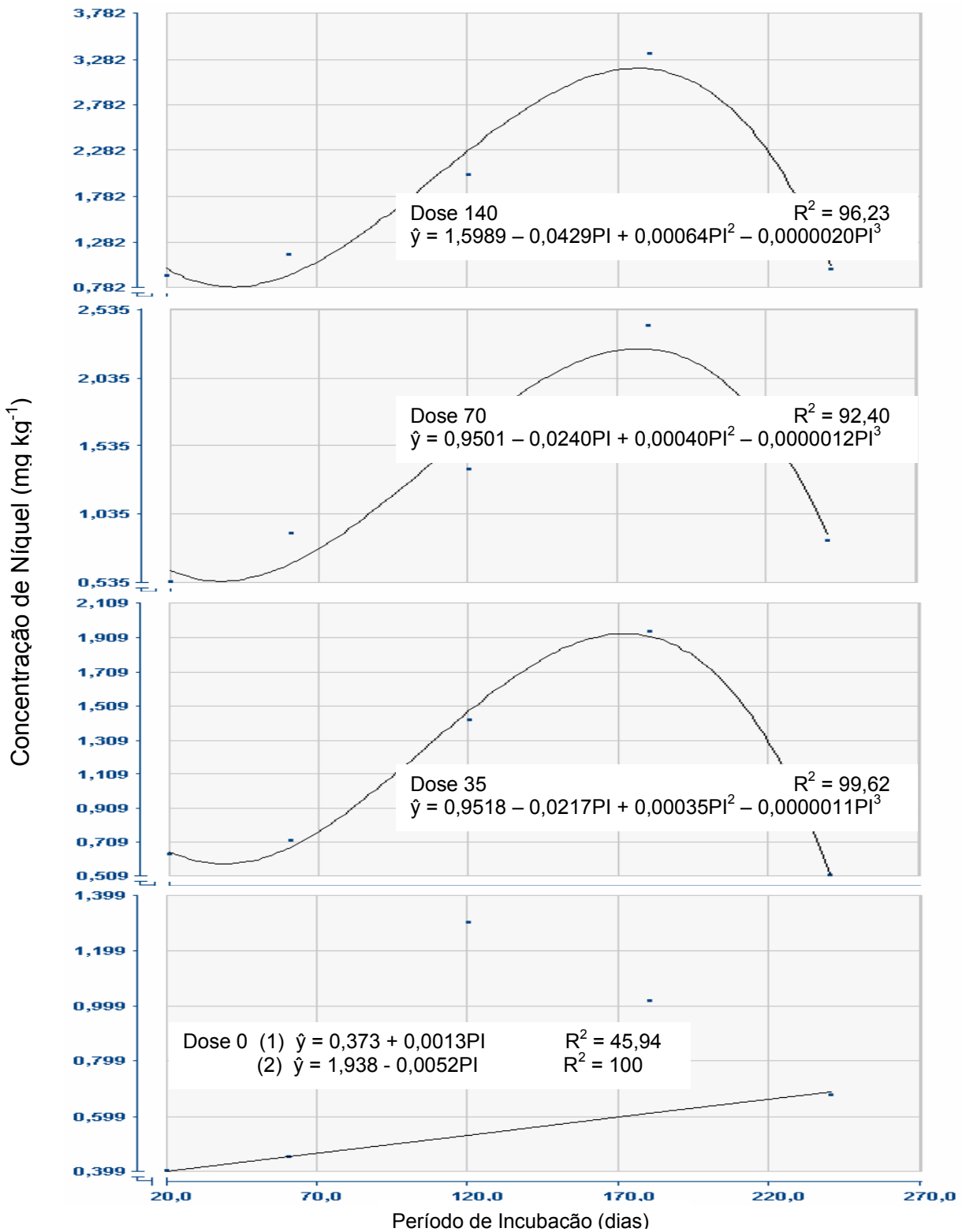


Figura 63: Estimativa da concentração de níquel na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

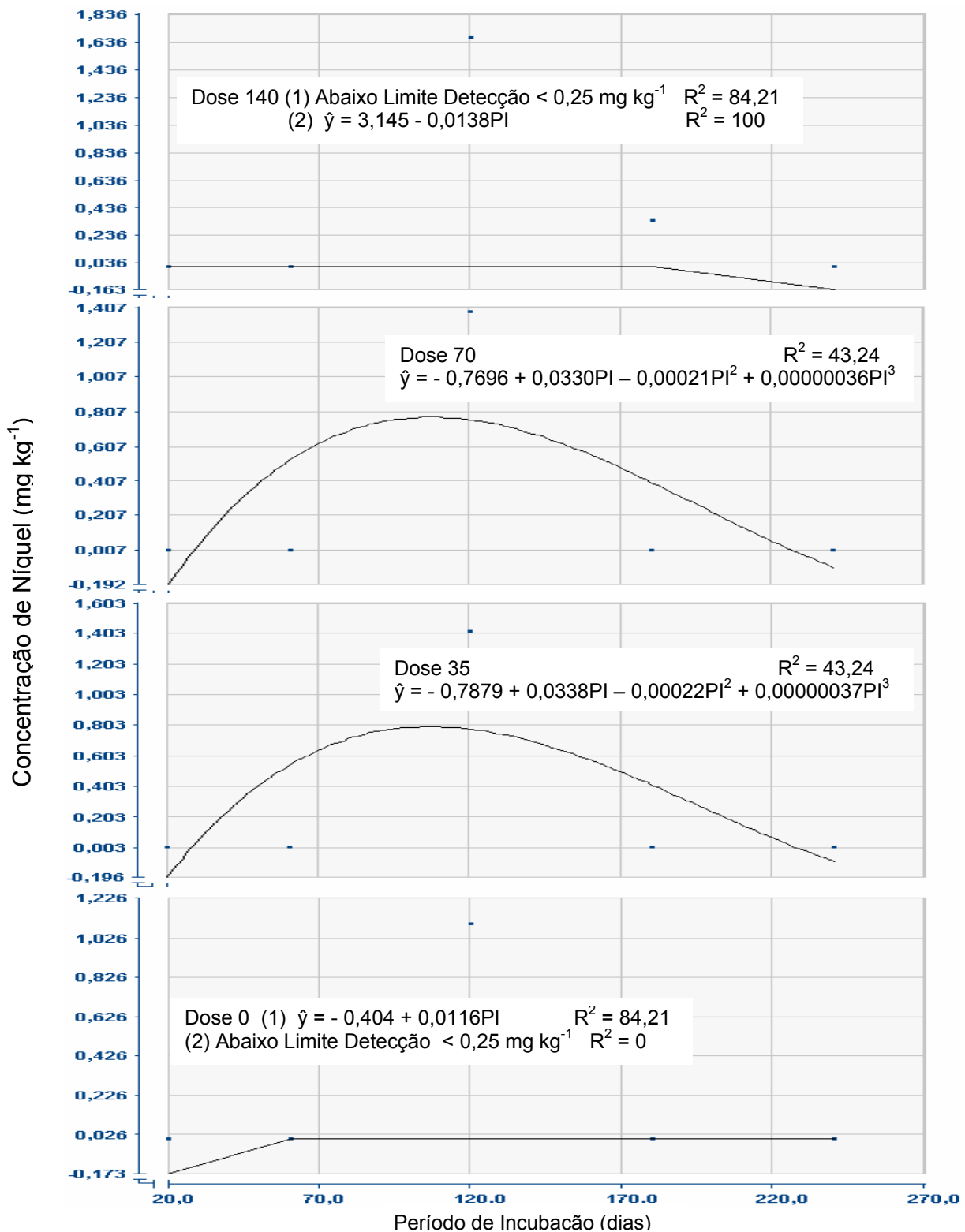


Figura 64: Estimativa da concentração de níquel na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

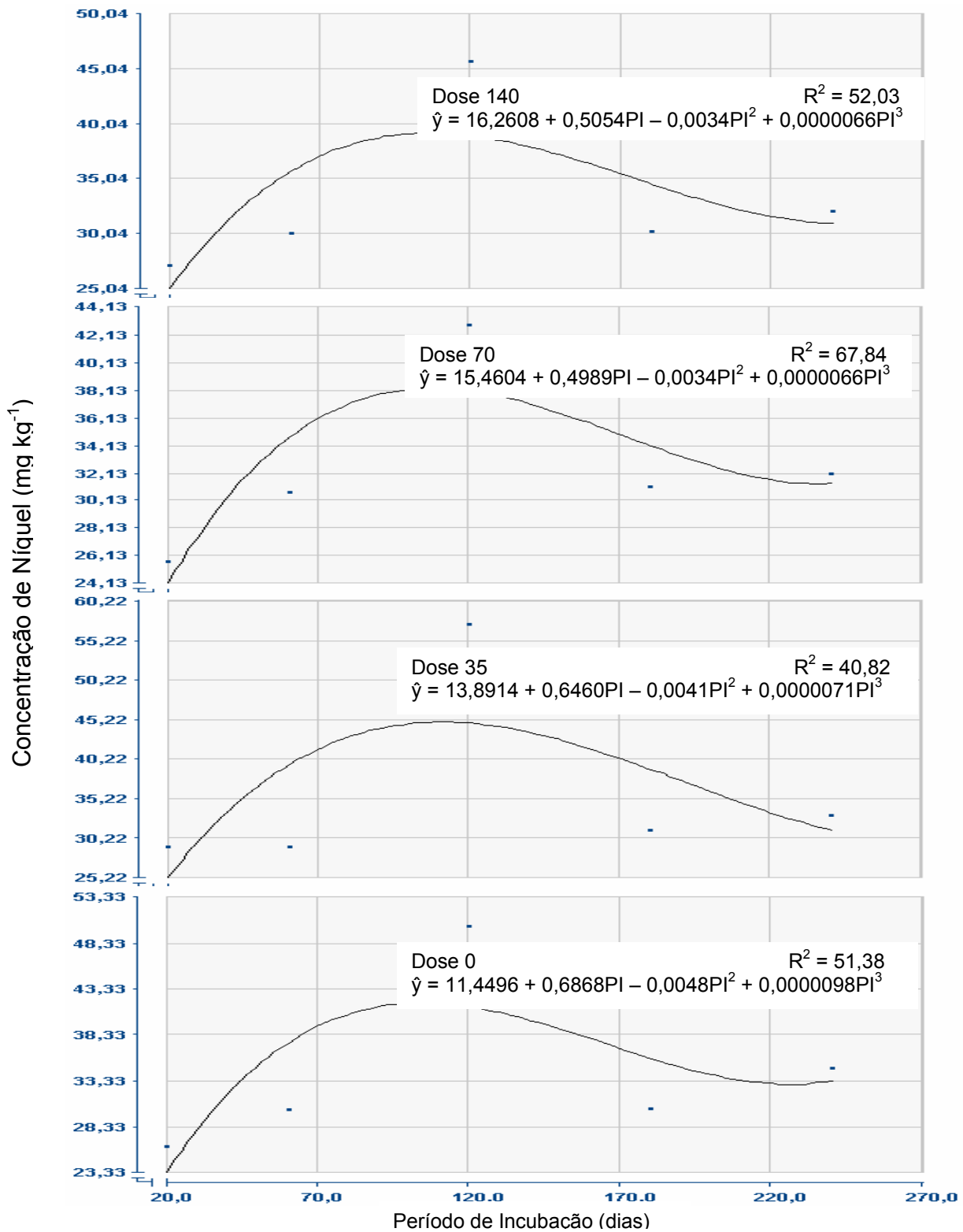


Figura 65: Estimativa da concentração de níquel na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Observando os solos sem calagem, na fração solúvel (figura 61), nas doses 70 e 140 t ha⁻¹, a concentração do metal variou da mesma forma em todo tempo de incubação. A concentração de níquel permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho, nas doses zero e 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado.

Na figura 62, fração adsorvida, a concentração de níquel permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho, em todas as doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, durante todo o período de incubação estudado.

Na fração ligada a óxido de ferro e manganês, figura 63, a concentração de níquel variou da mesma forma nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado. Na dose zero, a concentração do metal aumentou em função do aumento do tempo de incubação durante todo período analisado.

De acordo com a figura 64, fração orgânica, a concentração de níquel variou da mesma forma nas doses 35 e 70 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado. Na dose zero, a concentração do metal aumentou no intervalo de 20 a 60 dias de incubação e após esse intervalo, a concentração do íon permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do absorção atômica. Na dose de 70 t ha⁻¹, a concentração do metal permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho até 180 dias de incubação e após esses dias, a concentração do íon diminuiu.

Já a fração residual (figura 65), a concentração de níquel variou da mesma forma em todas as doses de lodo de esgoto aplicadas, durante todo o período de incubação estudado.

Observa-se, então, que nas doses 70 e 140 t ha⁻¹, a migração do íon das frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual para a fração solúvel, pois, nos últimos 40 dias de incubação, a concentração de níquel diminuiu nas frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual, e a concentração do metal aumentou na fração solúvel.

Como aconteceu com os outros metais, a fração residual extraiu a maior concentração de níquel, e também no lodo de esgoto o metal se concentrava na mesma fração, permanecendo não-disponível.

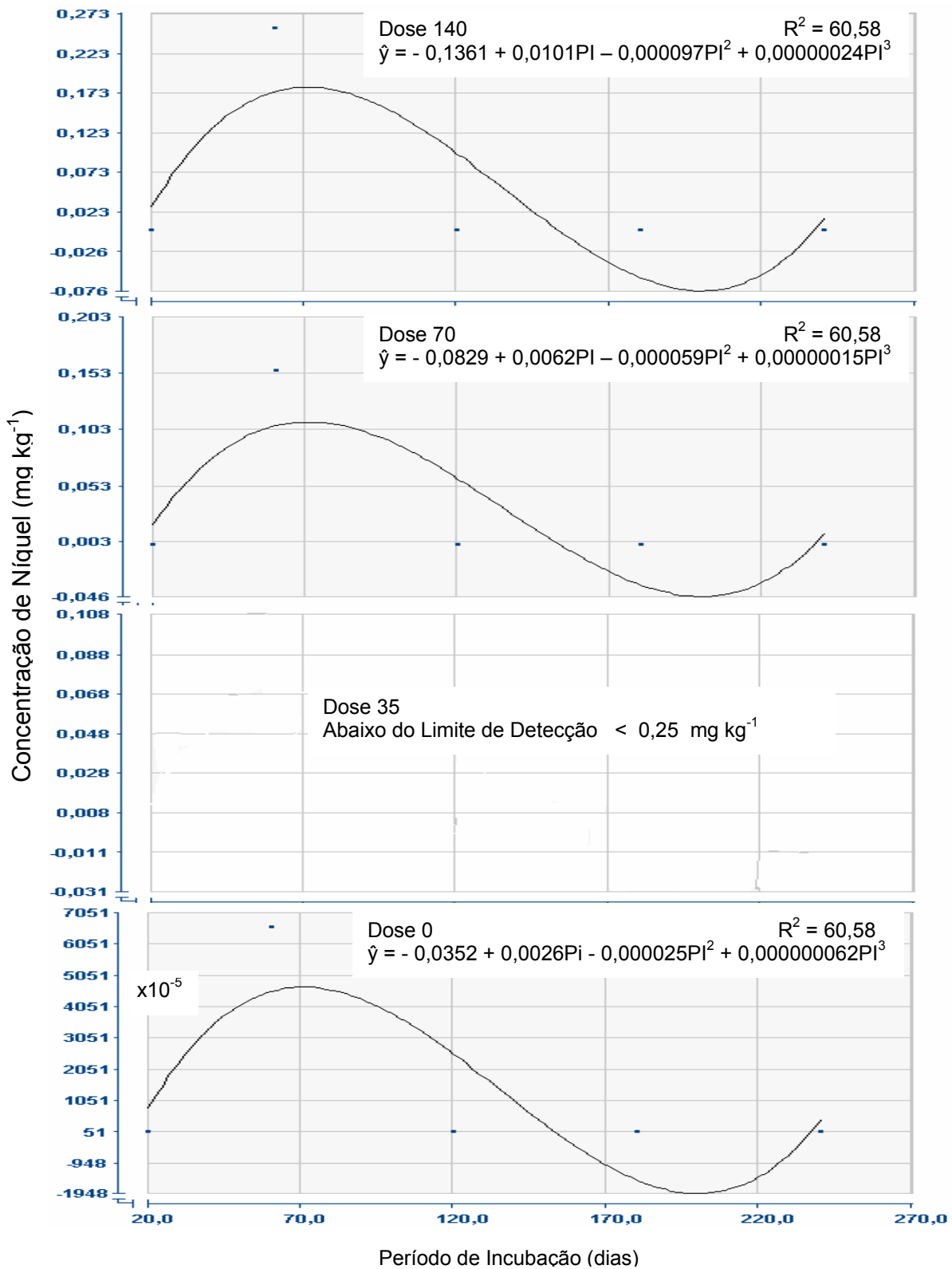


Figura 66: Estimativa da concentração de níquel na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

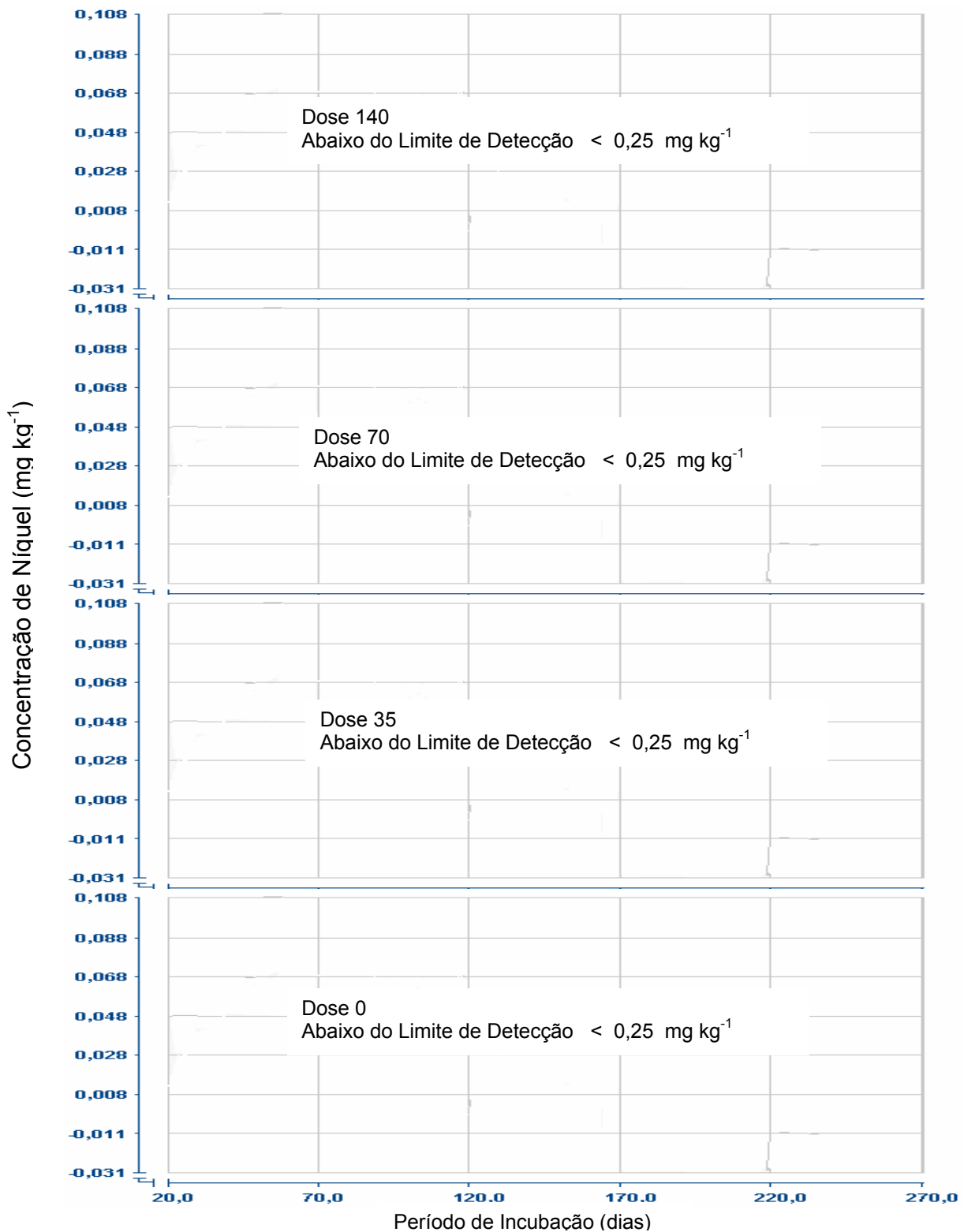


Figura 67: Estimativa da concentração de níquel na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

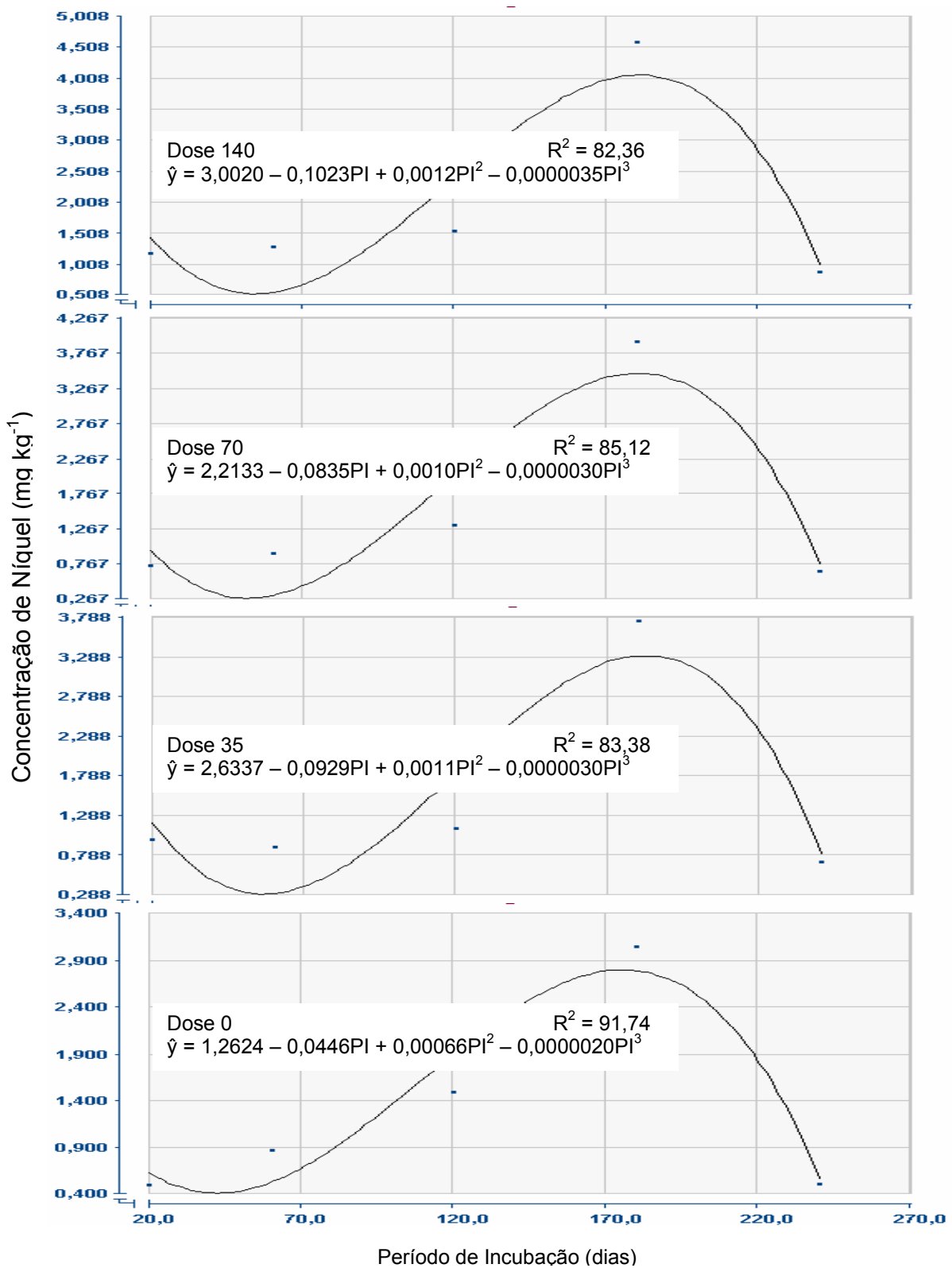


Figura 68: Estimativa da concentração de níquel na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

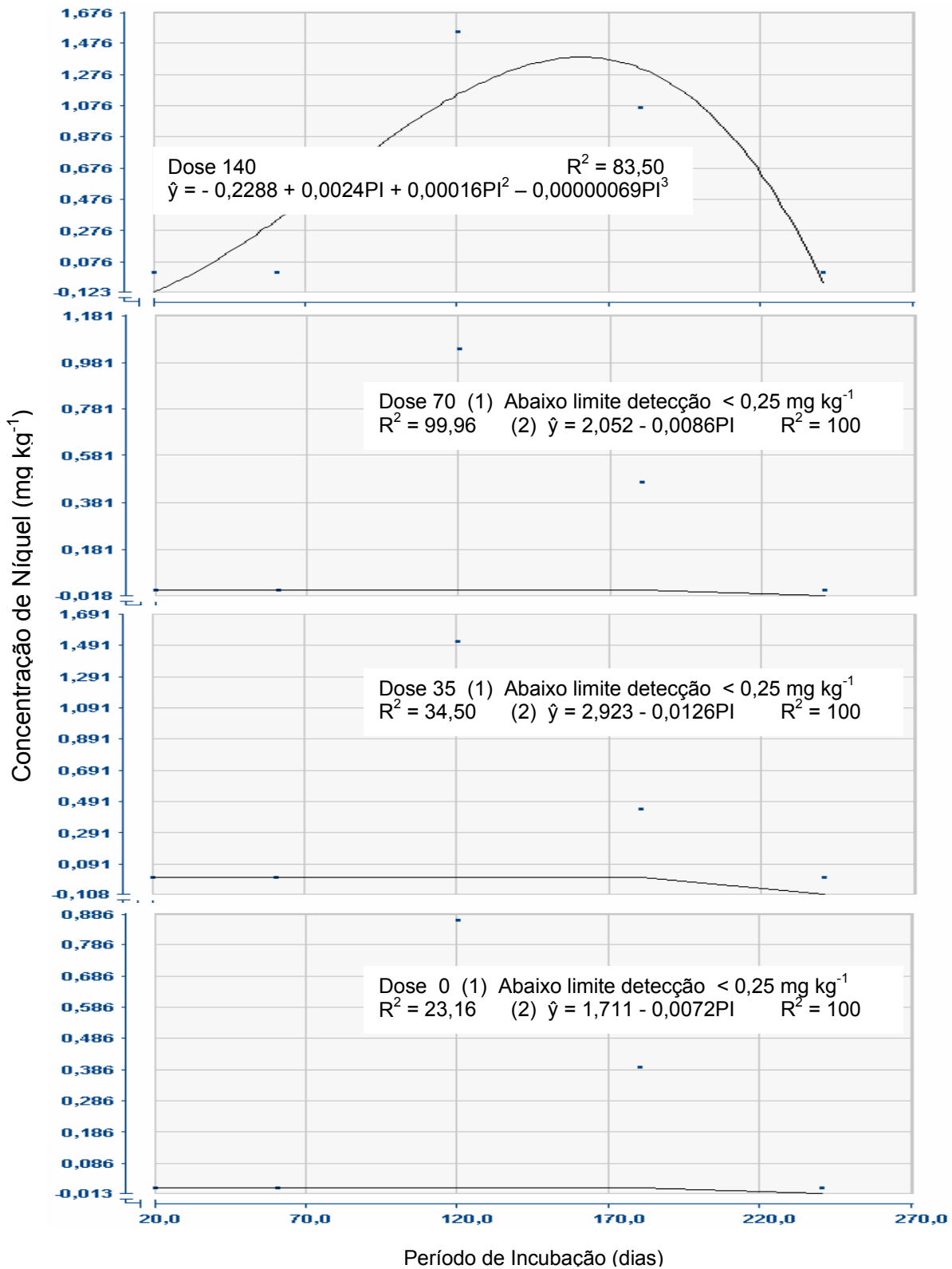


Figura 69: Estimativa da concentração de níquel na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

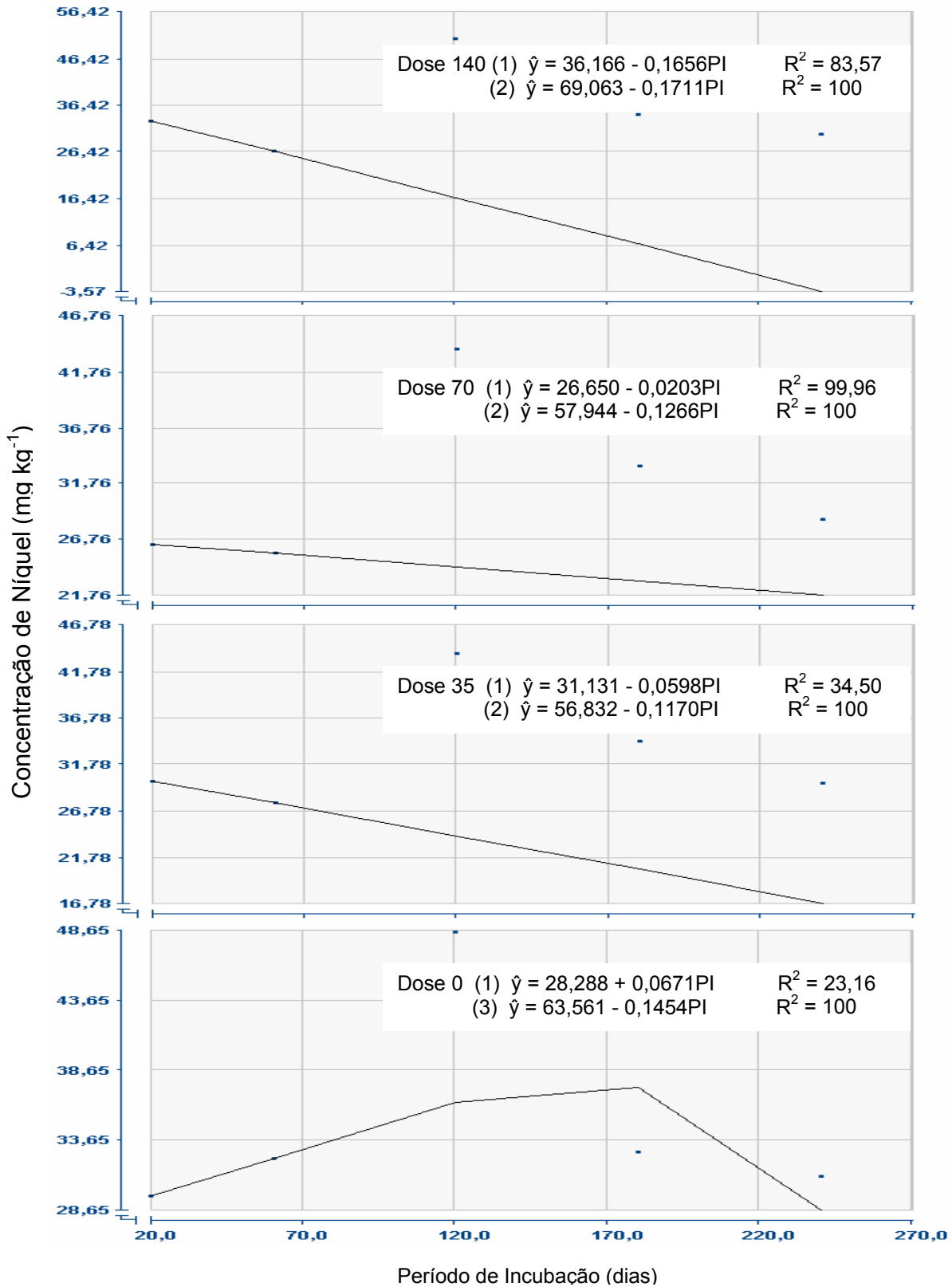


Figura 70: Estimativa da concentração de níquel na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

Observando os solos com aplicação de calcário, na fração solúvel (figura 66), nas doses zero, 70 e 140 t ha⁻¹, a concentração do metal variou da mesma forma em todo tempo de incubação. A concentração de níquel permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho, na dose 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado.

Na figura 67, fração adsorvida, a concentração de níquel permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho, em todas as doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, durante todo o período de incubação estudado.

Na fração ligada a óxido de ferro e manganês, figura 68, a concentração de níquel variou da mesma forma em todas as doses de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado.

De acordo com a figura 69, fração orgânica, a concentração de níquel variou da mesma forma nas doses zero, 35 e 70 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, durante todo o período de incubação estudado. Nessas doses, a concentração do metal permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do aparelho até 180 dias de incubação e após esses dias, a concentração do íon diminuiu.

Já a fração residual (figura 65), a concentração de níquel variou da mesma forma nas doses 35, 70 e 140 t ha⁻¹ de bio sólido aplicadas no solo, diminuindo durante todo o período de incubação estudado.

Confirma-se, então, no geral, a migração do íon das frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual para a fração solúvel, pois, nos últimos 40 dias de incubação, a concentração de níquel diminuiu nas frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual, e a concentração do metal aumentou nas frações solúvel.

Também se confirma que a fração residual extraiu a maior concentração de níquel.

4.4.7. Zinco

Pelo quadro de análise de variância (quadro 21), pode-se notar que nas frações adsorvida e orgânica a concentração de zinco não foi influenciada pela adição de calcário.

Como pode ser visto no quadro 21, em todas as frações, a concentração do metal sofreu efeito das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com e sem calagem. Apenas na fração residual a concentração de zinco sofreu efeito das doses de lodo de esgoto no solo sem calagem somente a 5% de probabilidade.

O efeito do período de incubação, de acordo com o quadro 21, não foi significativo na fração ligada a óxido de ferro e manganês na dose zero de biossólido do solo sem e com calagem e na dose 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem. Também não foi significativo na fração solúvel em todas as doses de biossólido aplicadas no solo com aplicação de calcário. Não houve esse efeito na fração adsorvida na dose 35 t ha⁻¹ do solo com calagem, e na fração residual nas doses 35 t ha⁻¹ do solo sem calagem e 140 t ha⁻¹ do solo com calagem. Já a fração orgânica, nos solos com aplicação de calcário, sofreu esta influência apenas na dose 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto.

Para avaliar a influência das doses de lodo aplicadas nos solos sem e com calagem e do período de incubação em cada uma dessas doses levando-se em conta a aplicação ou não de cal, realizaram-se análises de regressão de $\hat{y} = f(x)$.

Observando o efeito do aumento das doses de lodo de esgoto no solo sem aplicação de calcário, todas as frações, exceto a fração solúvel, sofreram esta influência na concentração de zinco, como mostrado na figura 71.

Nas frações adsorvida (figura 71(a)) e ligada a óxido de ferro e manganês (figura 71(b)), a concentração de zinco aumentou em função do aumento nas doses de biossólido aplicadas no solo.

Quadro 21: Análise de variância do zinco nas cinco frações: solúvel (Zn 1), adsorvida (Zn 2), ligada a óxidos de Fe e Mn (Zn 3), orgânica (Zn 4) e residual (Zn 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		Zn 1	Zn 2	Zn 3	Zn 4	Zn 5
REP	3	0,927824 ^{ns}	0,382747*	1,312749 ^{ns}	0,056881 ^{ns}	103,3201**
CAL	1	290,1367**	0,088762 ^{ns}	113,3150**	0,060975 ^{ns}	84,71213 ^{ns}
DL d/cal 0	3	173,6142**	9,018265**	215,9298**	0,974866**	63,94859*
DL d/cal 1	3	25,07394**	8,772801**	452,4245**	5,550379**	122,2205**
Resíduo (a)	21	0,458181	0,085353	0,517241	0,052883	20,21843
PI d/DL 0 d/cal 0	4	0,984497*	0,378499*	0,399424 ^{ns}	0,503890**	185,9855**
PI d/DL 35 d/cal 0	4	3,272580**	0,926442**	0,768589 ^{ns}	1,364819**	98,22638 ^{ns}
PI d/DL 70 d/cal 0	4	17,73489**	1,062712**	3,421180**	1,095651**	140,8490*
PI d/DL 140 d/cal 0	4	16,93525**	3,402206**	15,75049**	0,732274**	121,3853*
PI d/DL 0 d/cal 1	4	0,005503 ^{ns}	1,349209**	1,174266 ^{ns}	0,098093 ^{ns}	134,3309*
PI d/DL 35 d/cal 1	4	0,2575667 ^{ns}	0,165153 ^{ns}	4,216397**	0,245091 ^{ns}	105,0191*
PI d/DL 70 d/cal 1	4	0,901235 ^{ns}	0,516183**	26,99414**	0,181184 ^{ns}	208,5511**
PI d/DL 140 d/cal 1	4	0,822635 ^{ns}	1,428428**	27,68600**	0,666814**	64,35373 ^{ns}
Resíduo (b)	96	0,376725	0,134006	0,631570	0,119958	41,37249
C.V. (a) (%)		30,012	36,219	13,484	47,258	18,460
C.V. (b) (%)		27,214	45,383	14,899	71,176	26,407

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

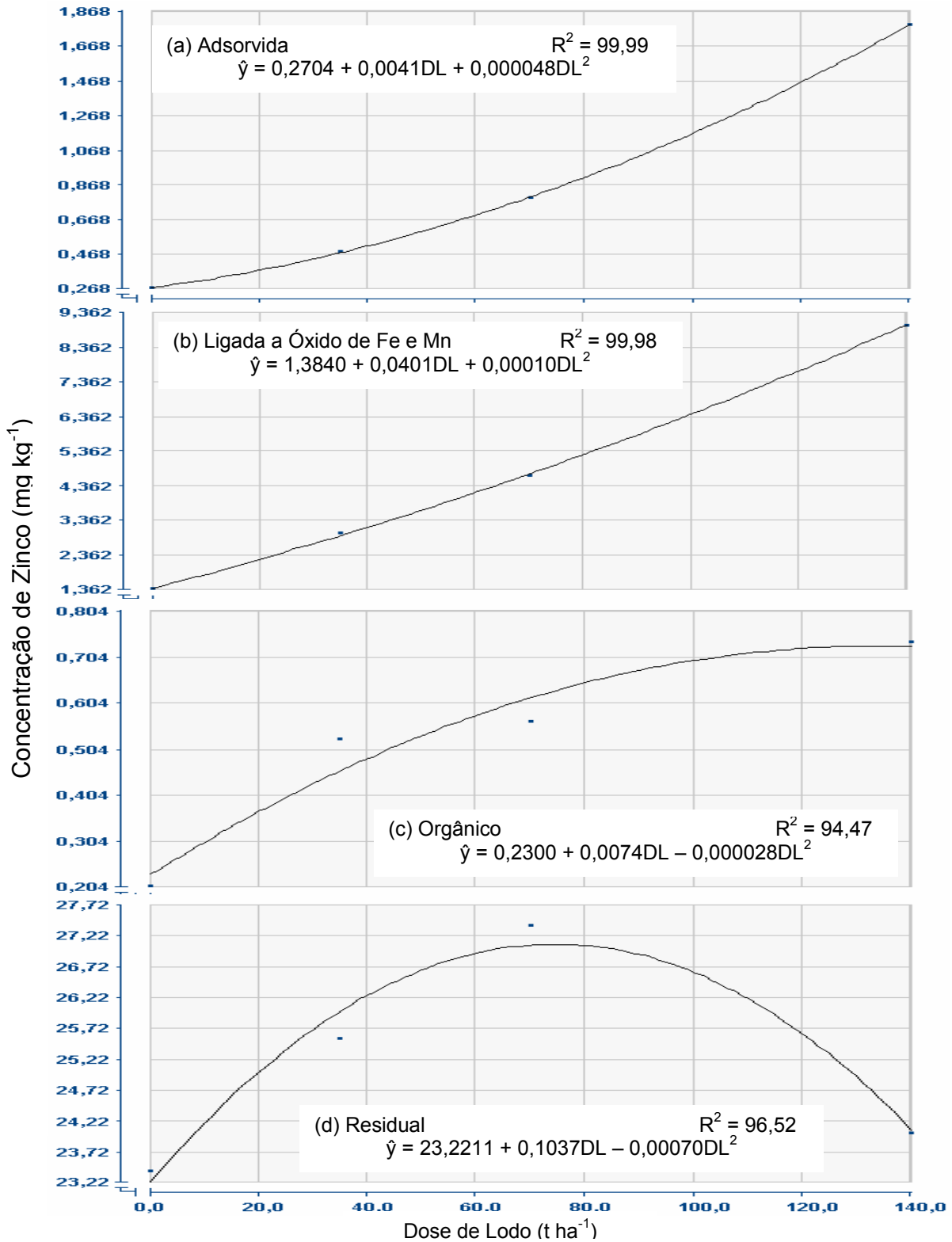


Figura 71: Estimativa da concentração de zinco e sua respectiva equação de regressão nas frações adsorvida (a), ligada a óxido de Fe e Mn (b), orgânica (c) e residual (d) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **sem** calagem.

Ainda de acordo com a figura 71(c), na fração orgânica, a concentração de zinco aumentou em função das doses aplicadas até a dose de 132 t ha^{-1} , após essa dosagem a concentração teve um leve decaimento.

Já a fração residual (figura 71(d)), a concentração de zinco aumentou em função das doses aplicadas até a dose de 74 t ha^{-1} , e após essa dosagem a concentração do metal diminuiu com o aumento das doses de lodo de esgoto aplicadas.

Nos solos com aplicação de calcário, figura 72, apenas nas frações solúvel, adsorvida e orgânica a concentração de zinco foi influenciada pelo aumento das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo.

Nas frações solúvel (figura 72(a)) e orgânica (figura 72(c)), a concentração do metal estudado aumentou com aumento das doses de biossólido.

Já na fração adsorvida (figura 72(b)), houve um leve decaimento da concentração de zinco até a dosagem de 35 t ha^{-1} e após essa dosagem a concentração do metal aumentou até a dose máxima aplicada.

Tanto nos solos sem aplicação de calcário quanto no solo com calagem, as equações de regressão que melhor representaram o efeito das doses de lodo de esgoto aplicadas foi de modelo quadrático.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose aplicada no solo com e sem calagem as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo, e essas equações se encontram nas figuras 73 a 82.

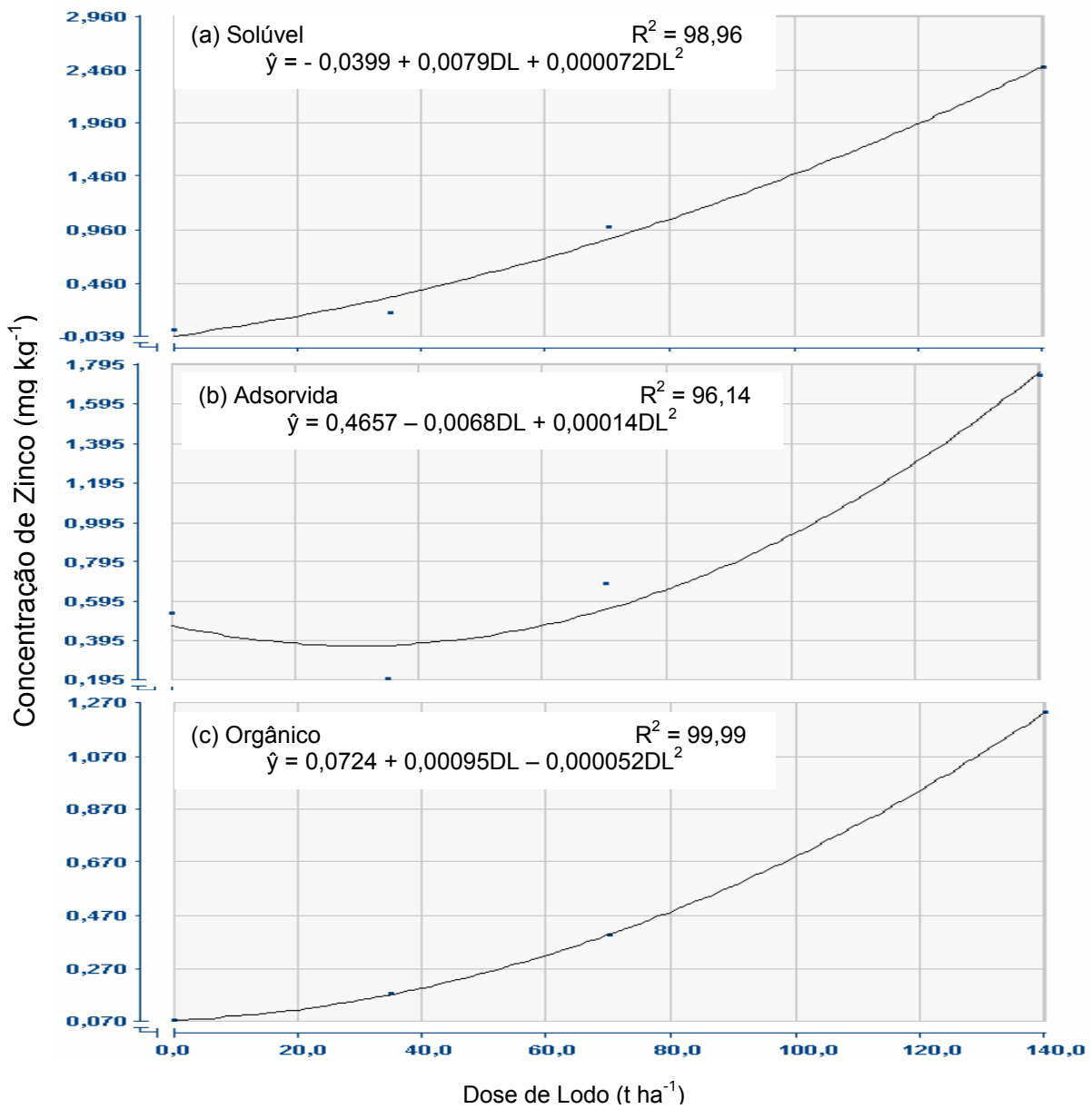


Figura 72: Estimativa da concentração de zinco e sua respectiva equação de regressão nas frações solúvel (a), adsorvida (b) e orgânica (c) em função das doses de lodo de esgoto aplicado no solo **com** calagem.

Na fração solúvel, figura 73, a concentração de zinco variou da mesma forma nas doses 35 e 70 t ha⁻¹ durante todo o período de incubação estudado. Na dose zero de lodo de esgoto, a concentração do metal diminuiu no intervalo de 20 a 60 dias de incubação, e a concentração aumentou após esse período.

Na fração adsorvida, figura 74, a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de biossólido aplicada durante o período de incubação. Na dose zero, a concentração de zinco diminuiu em função do tempo de incubação durante o período analisado.

Como na fração anterior, na figura 75 da fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de biossólido aplicada durante o período de incubação. Na dose de 35 t ha⁻¹, a concentração de zinco aumentou em função do tempo de incubação até 180 dias de incubação, depois a concentração de zinco diminuiu com o aumento no período de incubação.

Também na fração orgânica (figura 76), a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de biossólido aplicada durante o período de incubação. Na dose de 70 t ha⁻¹, a concentração de zinco aumentou em função do tempo de incubação até 180 dias de incubação, depois a concentração de zinco diminuiu com o aumento no período de incubação.

Como aconteceu nas três frações anteriores, na fração residual (figura 77), a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de biossólido aplicada durante o período de incubação. Na dose de 35 t ha⁻¹, a concentração de zinco diminuiu em função do tempo de incubação até 60 dias de incubação, depois a concentração de zinco aumentou com o aumento no período de incubação.

Observa-se, então, que na dose de 140 t ha⁻¹, a migração do íon das frações solúvel, adsorvida e orgânica para as frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual, pois, nos últimos 2 meses de incubação, a concentração de zinco diminuiu nas frações solúvel, adsorvida e orgânica, e a concentração do metal aumentou nas frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual.

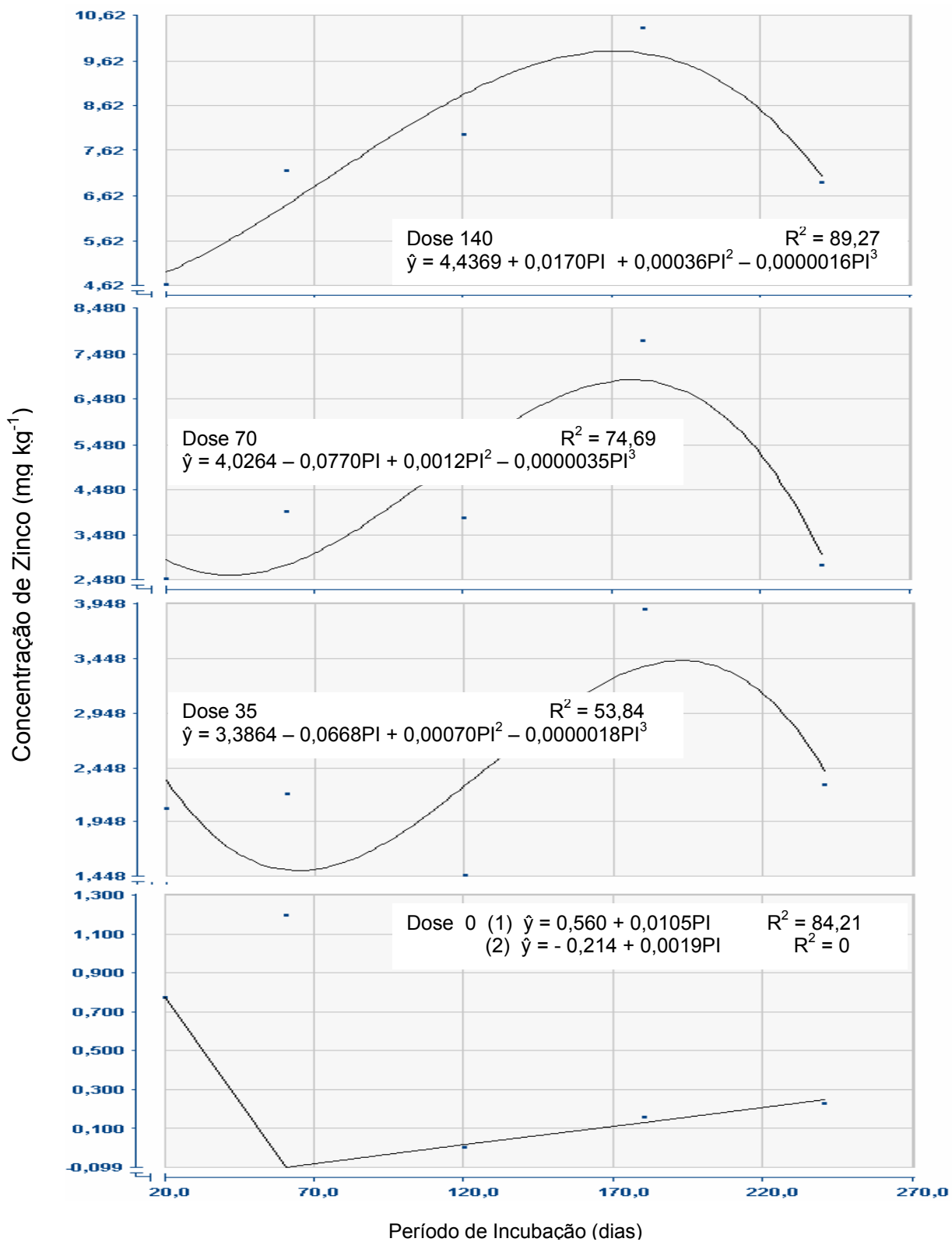


Figura 73: Estimativa da concentração de zinco na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

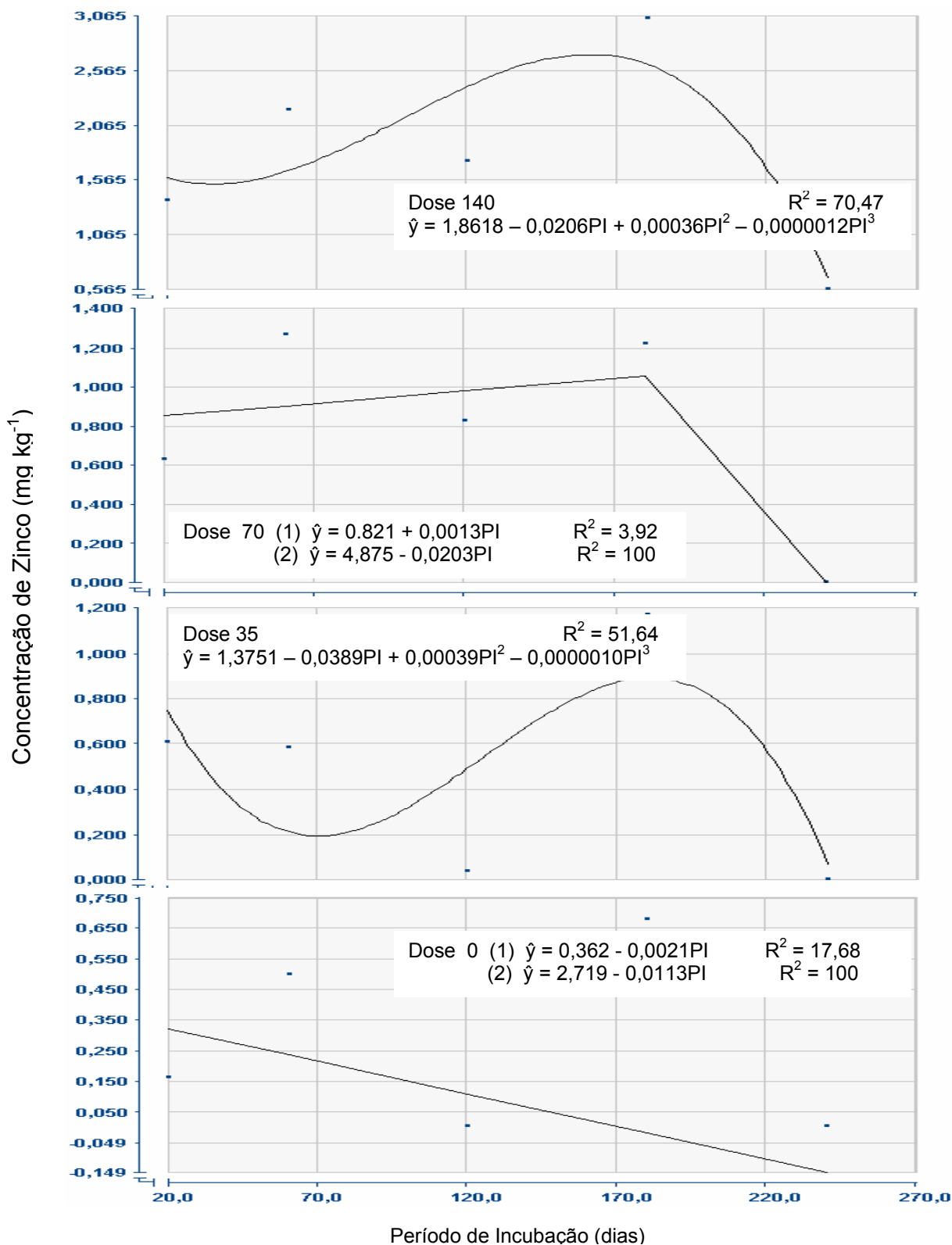


Figura 74: Estimativa da concentração de zinco na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

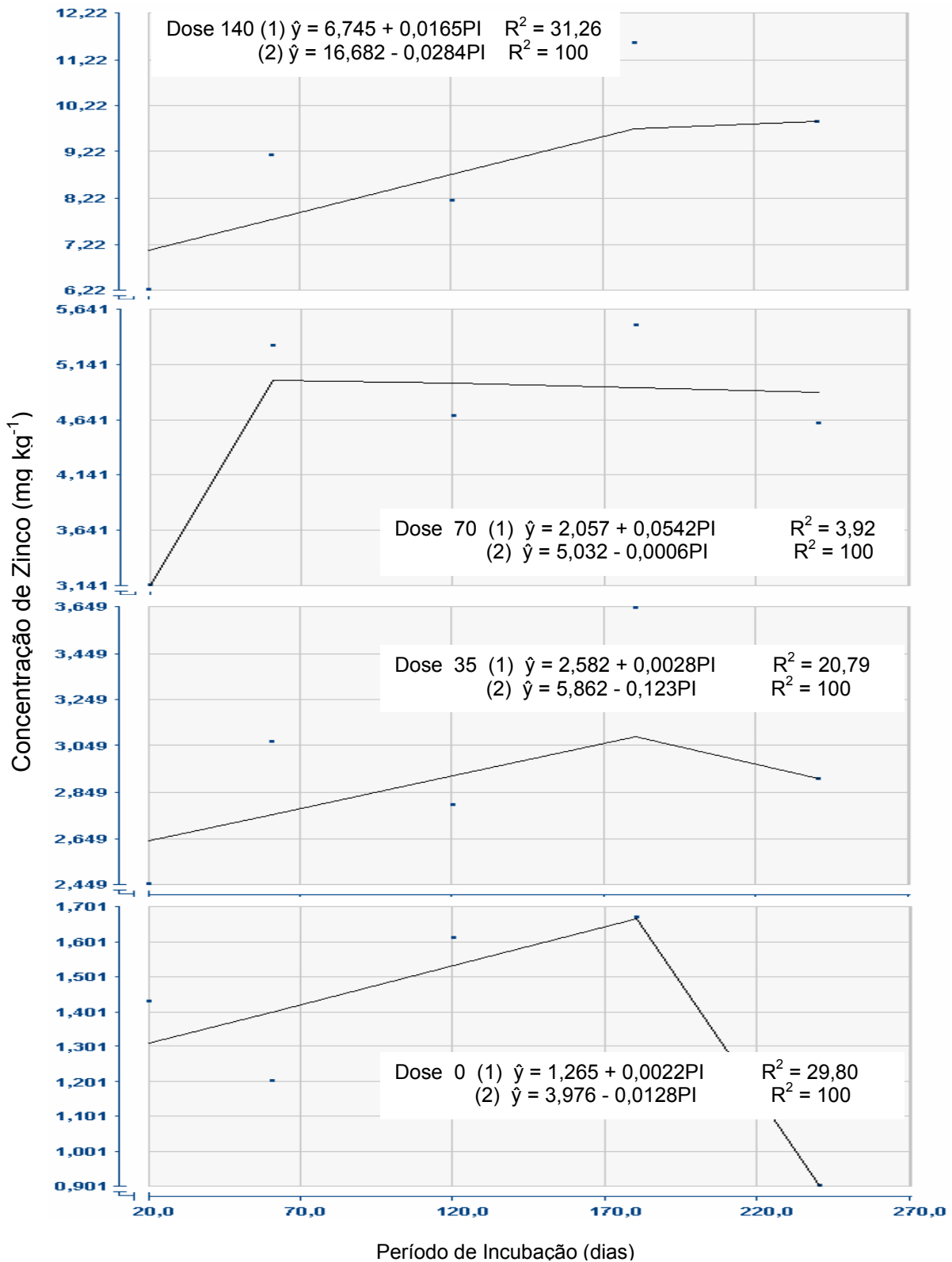


Figura 75: Estimativa da concentração de zinco na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

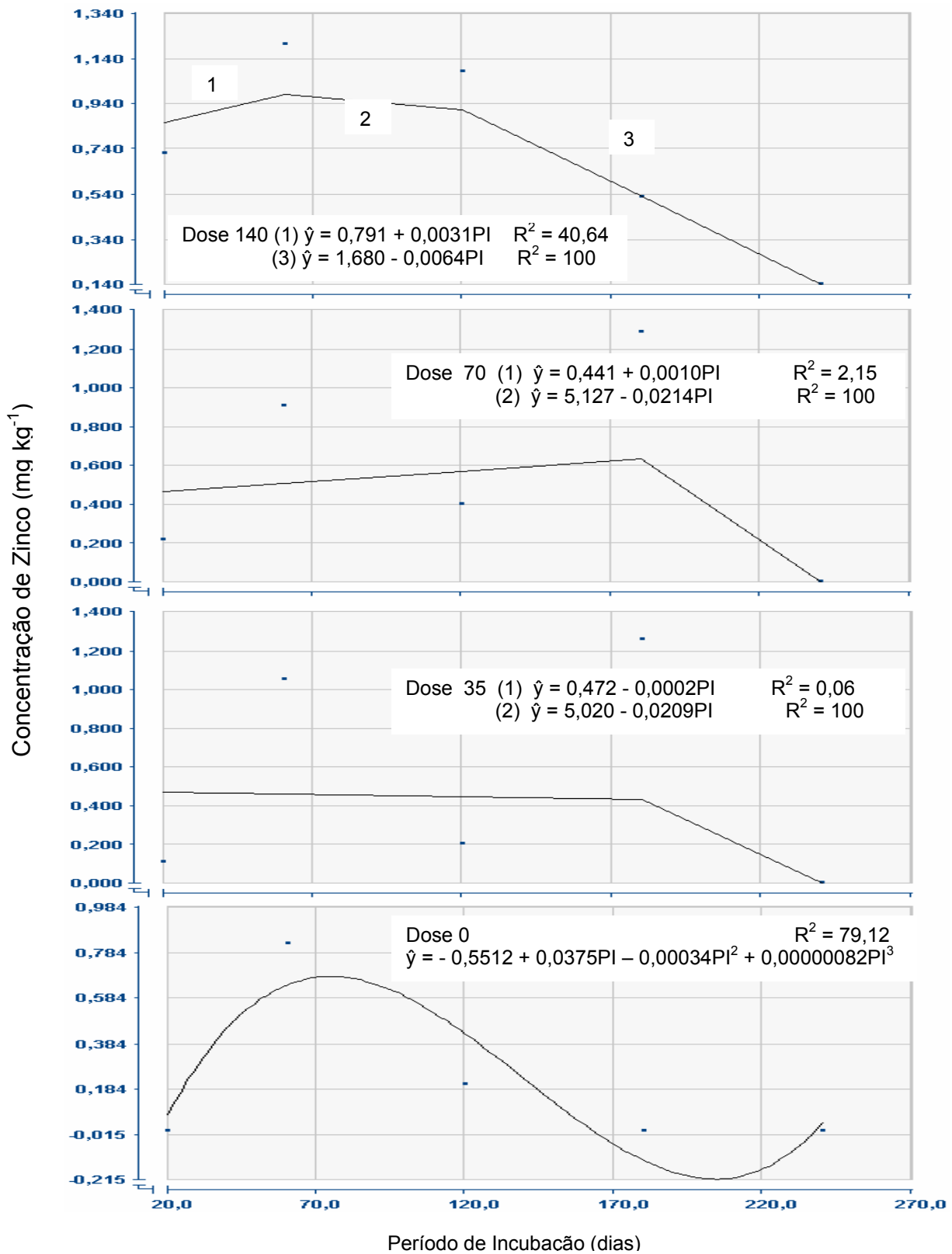


Figura 76: Estimativa da concentração de zinco na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

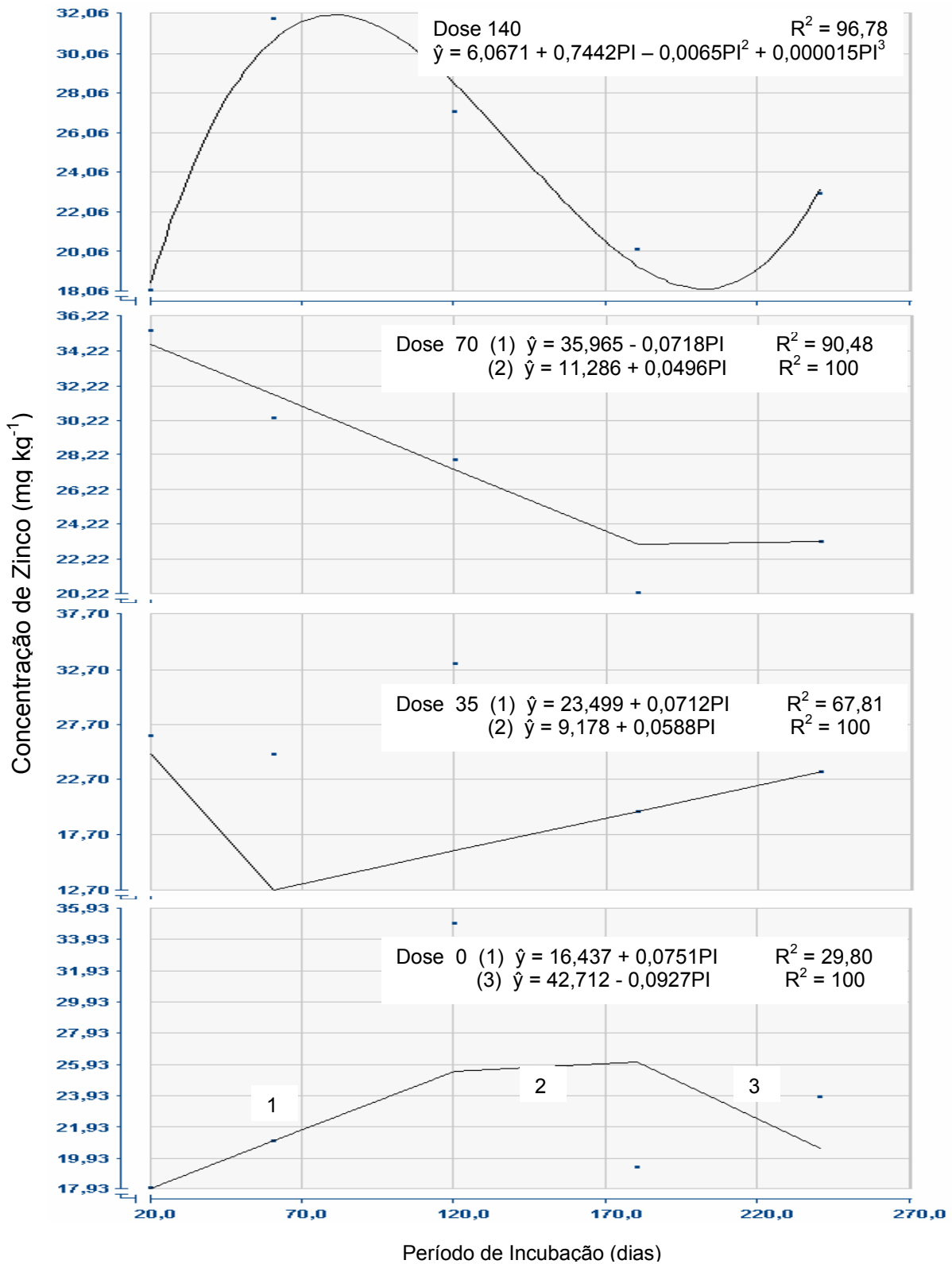


Figura 77: Estimativa da concentração de zinco na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Como aconteceu com os outros metais, a fração residual extraiu a maior concentração de zinco mostrando a tendência do íon se estabilizar quando o lodo de esgoto é adicionado no solo, pois no lodo de esgoto o metal se concentrava na fração ligada a óxido de ferro e manganês, considerada potencialmente disponível.

Nos solos com aplicação de calcário, na fração solúvel (figura 78), a concentração de zinco se comportou da mesma forma nas doses zero e 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto. A diferença nestas doses foi que a concentração do metal diminuiu no intervalo de 20 a 60 dias de incubação na dose zero de bio sólido, e na dose 35 t ha⁻¹, essa diminuição ocorreu no intervalo de 20 a 120 dias, e após esses intervalos a concentração de zinco permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do absorção atômica.

Na fração adsorvida, figura 79, a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de bio sólido aplicada durante o período de incubação. Na dose 70 t ha⁻¹, a concentração de zinco aumentou até 120 dias de incubação e diminuiu em função do tempo de incubação no restante do tempo analisado.

Na figura 80 da fração ligada a óxido de ferro e manganês, a concentração do metal se comportou da mesma maneira nas doses 35 e 70 t ha⁻¹ de bio sólido aplicada durante o período de incubação. Nessas doses, a concentração de zinco aumentou em função do tempo de incubação durante todo o período de incubação estudado.

Como aconteceu na fração adsorvida, na fração orgânica (figura 81), a concentração do metal se comportou diferentemente em cada dose de bio sólido aplicada durante o período de incubação. Na dose de zero, a concentração de zinco permaneceu constante e abaixo do limite de detecção do espectrofotômetro de absorção atômica.

Também na fração residual (figura 82), a concentração do zinco se comportou diferentemente em cada dose de bio sólido aplicada durante o período de incubação. Na dose de 35 t ha⁻¹, a concentração de zinco diminuiu em função do tempo de incubação durante todo o período analisado.

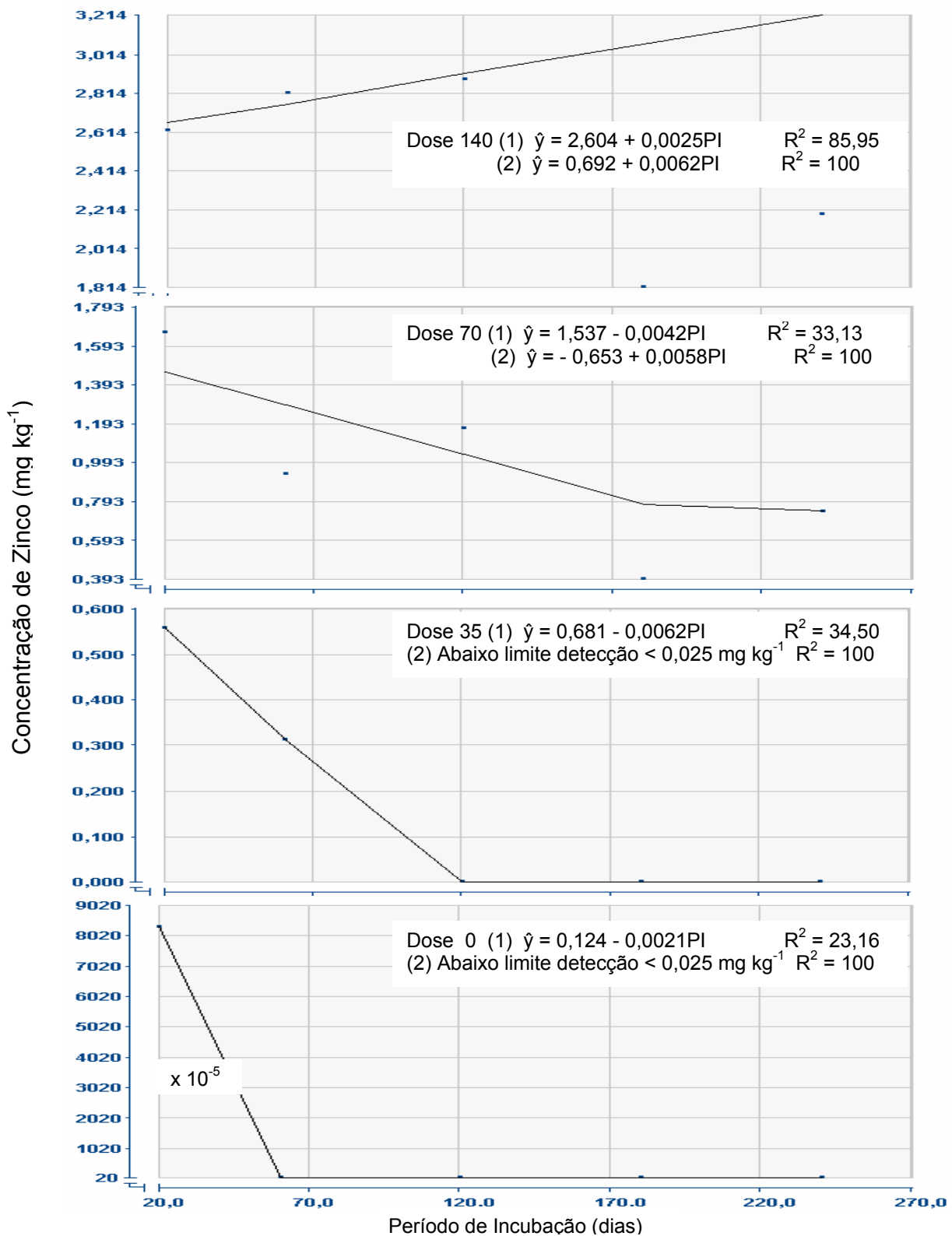


Figura 78: Estimativa da concentração de zinco na fração solúvel em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

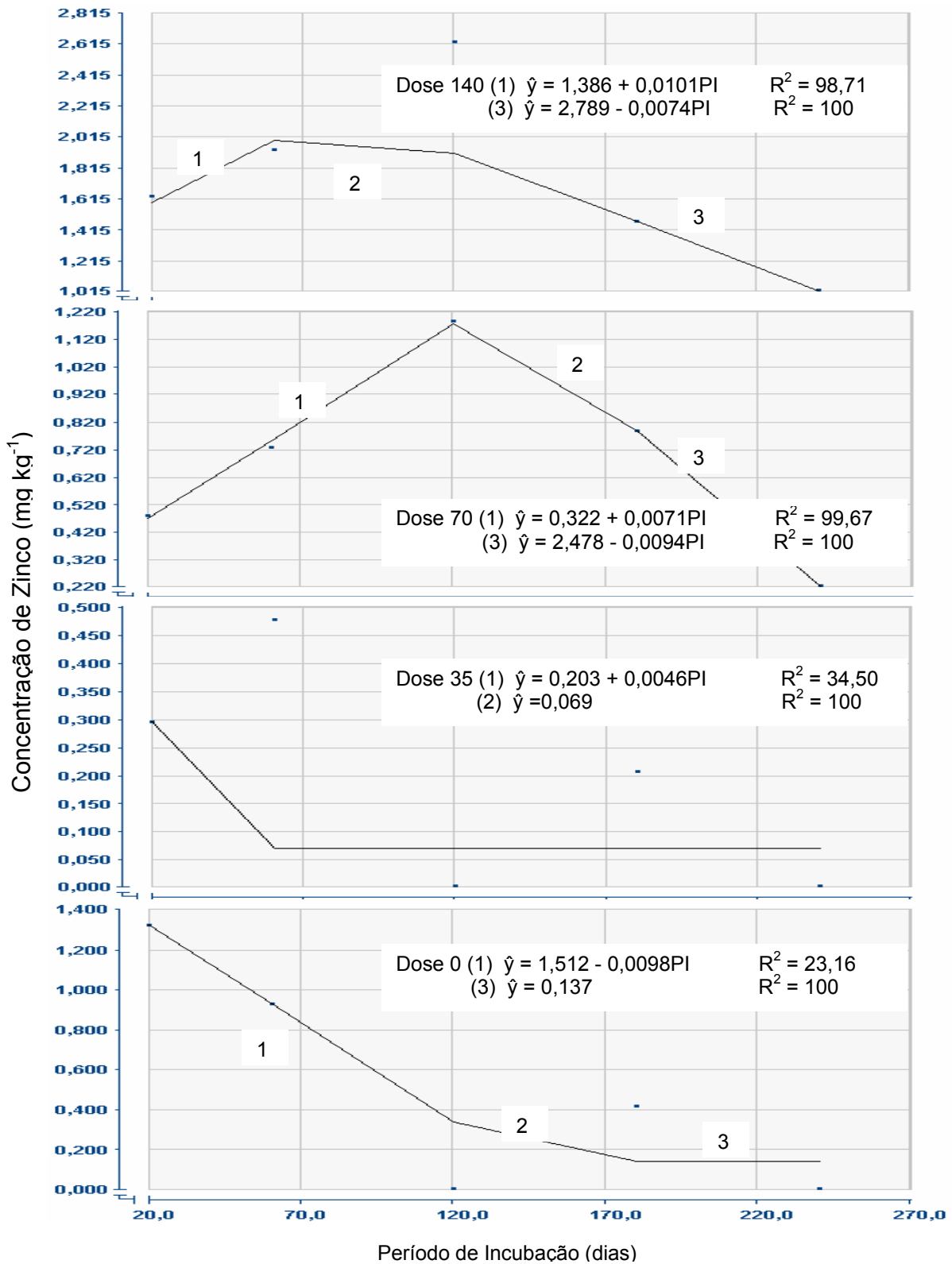


Figura 79: Estimativa da concentração de zinco na fração adsorvida em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

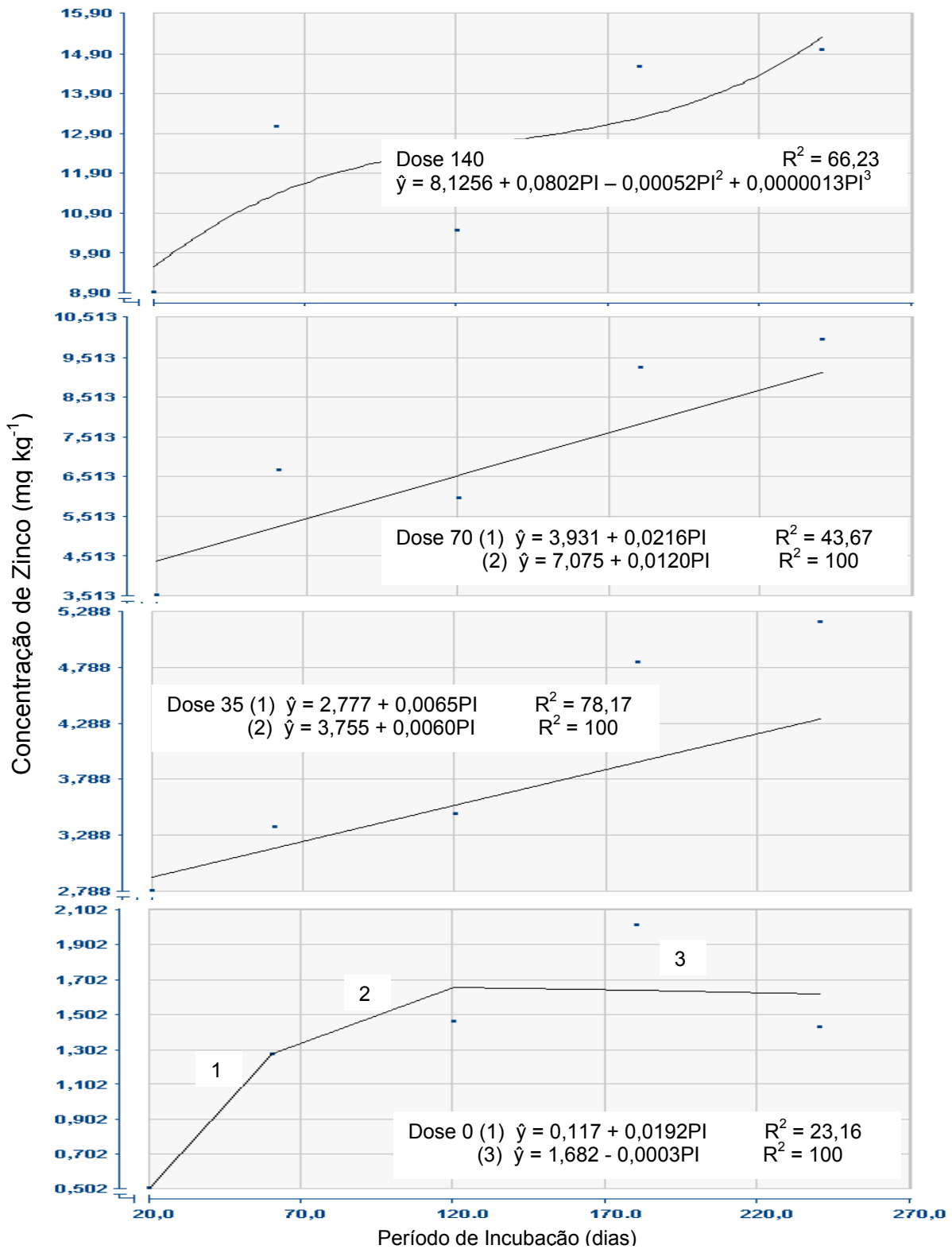


Figura 80: Estimativa da concentração de zinco na fração ligada a óxido de Fe e Mn em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

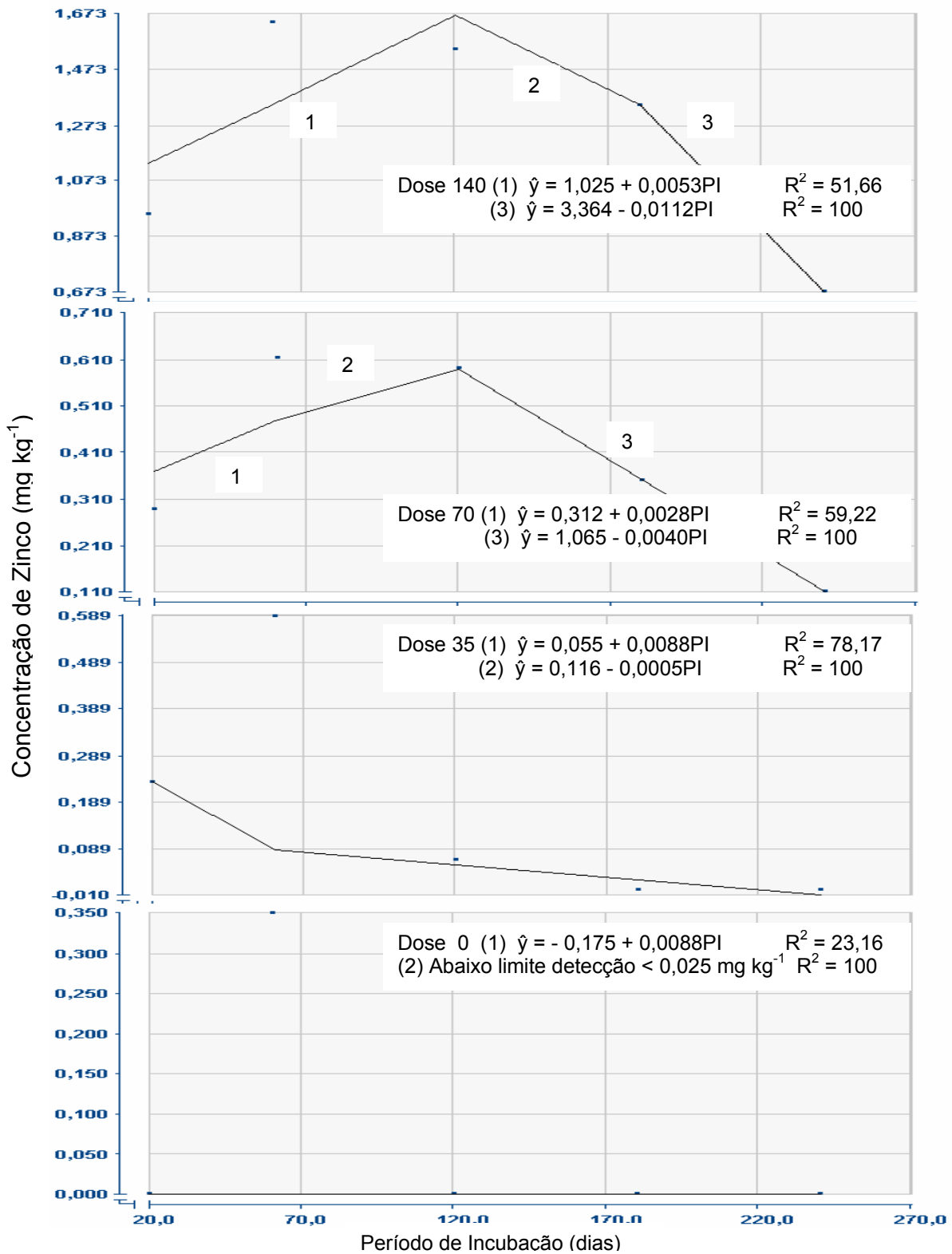


Figura 81: Estimativa da concentração de zinco na fração orgânica em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

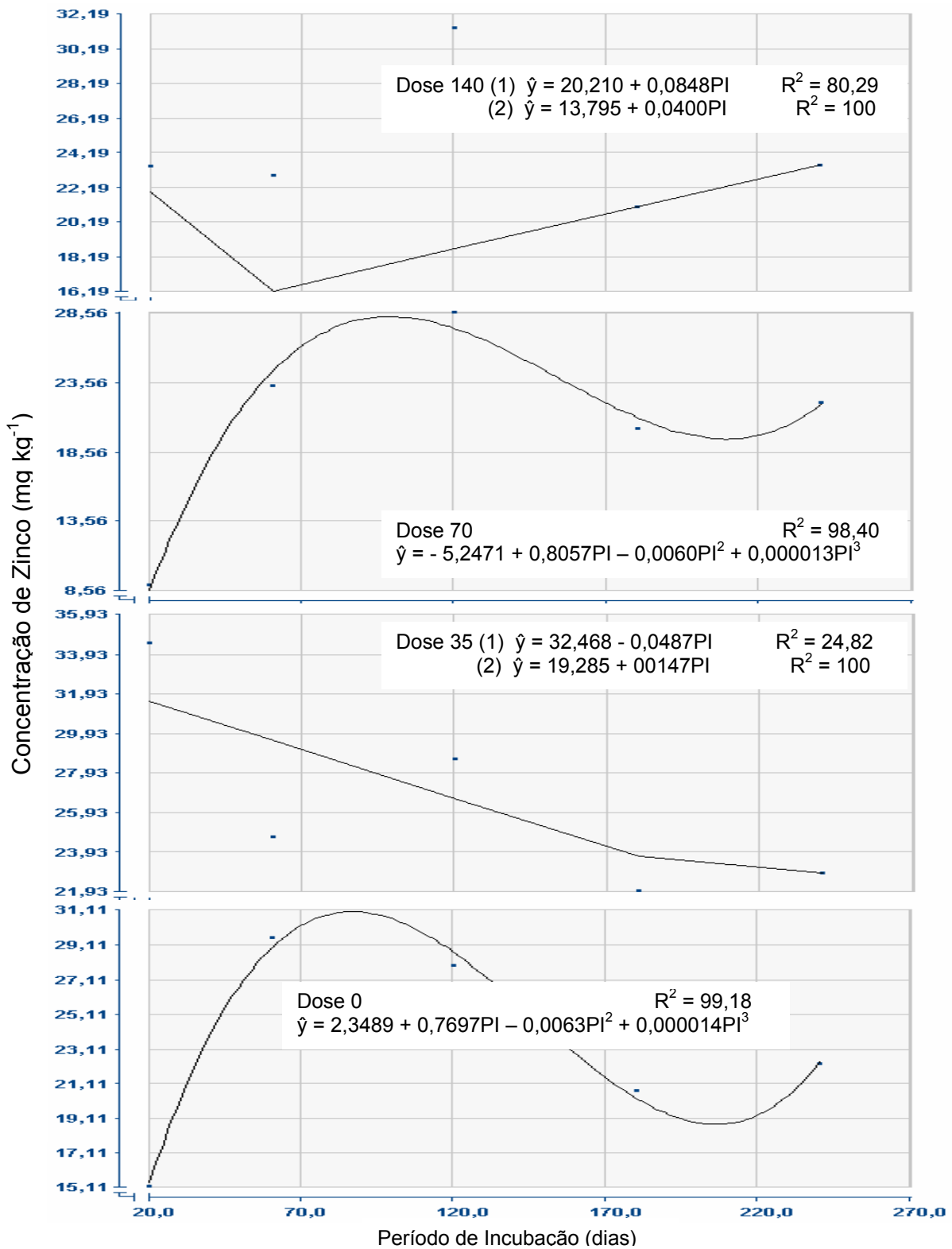


Figura 82: Estimativa da concentração de zinco na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

Observa-se, então, no geral, a migração do íon das frações solúvel, adsorvida e orgânica para as frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual, pois, nos últimos 40 dias de incubação, a concentração de zinco diminuiu nas frações solúvel, adsorvida e orgânica, e a concentração do metal aumentou nas frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual.

Confirmando o que foi citado anteriormente, a fração residual extraiu a maior concentração de zinco mostrando a tendência do íon se estabilizar quando o lodo de esgoto é adicionado no solo, pois no lodo de esgoto o metal se concentrava na fração ligada a óxido de ferro e manganês, considerada potencialmente disponível.

4.4.8. Fósforo

A concentração de fósforo no solo dada aplicação de lodo esgoto foi influenciada significativamente pelos fatores calagem, dose de biossólido aplicada e o período de incubação, como é mostrado no quadro de análise de variância (quadro 22). A calagem influenciou a concentração do íon na fração ligada à superfície de óxidos de ferro e alumínio somente ao nível de 5% de significância, e nas frações orgânica lábil e residual ao nível de 5 e 1% de probabilidade.

Ainda segundo a análise de variância, somente na fração lábil a concentração de fósforo não sofre efeito da dose de lodo aplicada no solo sem calagem. Já no solo com aplicação de calcário, em todas as frações com exceção da orgânica lábil, a concentração de fósforo é influenciada pela dose de lodo de esgoto aplicada.

De acordo com o quadro 22, nota-se que não houve efeito do período de incubação apenas na fração ligada à superfície de óxido de ferro e alumínio, tanto no solo sem e com aplicação de calcário na dose zero de biossólido.

Para avaliar a interação das doses de lodo de esgoto tanto no solo sem calcário quanto com calcário na concentração de fósforo e também do período de incubação em cada uma das doses aplicadas, realizou-se a análise de regressão $\hat{y} = f(x)$.

Observando o comportamento da concentração de fósforo em função das diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas, as equações que melhor se ajustaram a esse comportamento foi de modelo quadrático, e estas equações se encontram nos gráficos das figuras 83 e 84.

No solo sem aplicação do calcário, a única fração em que as doses de biossólido aplicadas influenciaram a concentração de fósforo foi a ligada á superfície de óxidos de ferro e alumínio. Nesta fração, a concentração se elevou em função do aumento das doses aplicadas como mostrado na figura 83. Nas outras frações, o aumento na dose de lodo de esgoto aplicado no solo não teve efeito significativo na concentração de fósforo determinada.

Quadro 22: Análise de variância do fósforo nas cinco frações: lábil (P 1), ligada a superfície de óxidos de Fe e Al (P 2), orgânica lábil (P 3), ligada a Ca (P 4) e residual (P 5) analisadas em cinco épocas de amostragens.

F.V.	G.L.	Quadrados Médios				
		P 1	P 2	P 3	P 4	P 5
REP	3	8383,175 ^{ns}	129,1094 ^{ns}	7447,253*	77,77527 ^{ns}	3406,074 ^{ns}
CAL	1	18647,94 ^{ns}	999,6577*	86638,06**	570,9058 ^{ns}	431846,9**
DL d/cal 0	3	2972,612 ^{ns}	19358,14**	6603,715*	8788,151*	19576,80*
DL d/cal 1	3	40205,33**	7507,069**	3282,097 ^{ns}	10456,35*	19434,43*
Resíduo (a)	21	5872,819	162,5992	1825,616	2202,466	4489,845
PI d/DL 0 d/cal 0	4	34876,14**	154,8689 ^{ns}	6962,725**	11907,42**	16787,43**
PI d/DL 35 d/cal 0	4	36063,14**	319,9226**	5318,129**	13340,81**	24160,79**
PI d/DL 70 d/cal 0	4	69111,77**	276,5143**	18557,96**	23923,38**	47465,49**
PI d/DL 140 d/cal 0	4	41397,69**	1567,550**	19254,40**	23971,43**	26886,39**
PI d/DL 0 d/cal 1	4	18468,98**	85,45382 ^{ns}	13783,84**	22753,62**	53929,36**
PI d/DL 35 d/cal 1	4	19982,29**	459,6401**	21661,94**	16878,49**	40271,54**
PI d/DL 70 d/cal 1	4	87891,09**	674,3124**	14339,68**	36571,80**	39908,26**
PI d/DL 140 d/cal 1	4	75417,39**	1772,529**	9502,295**	35612,33**	18927,65**
Resíduo (b)	96	4225,097	66,52331	1044,887	1736,279	3886,054
C.V. (a) (%)		51,899	23,157	24,780	27,456	34,027
C.V. (b) (%)		44,022	14,812	18,746	24,378	31,657

** F significativo a 1% de probabilidade
 * F significativo a 5% de probabilidade
 ns não-significativo a 5%

Cal - calagem
 DL – dose de lodo de esgoto
 PI – período de incubação

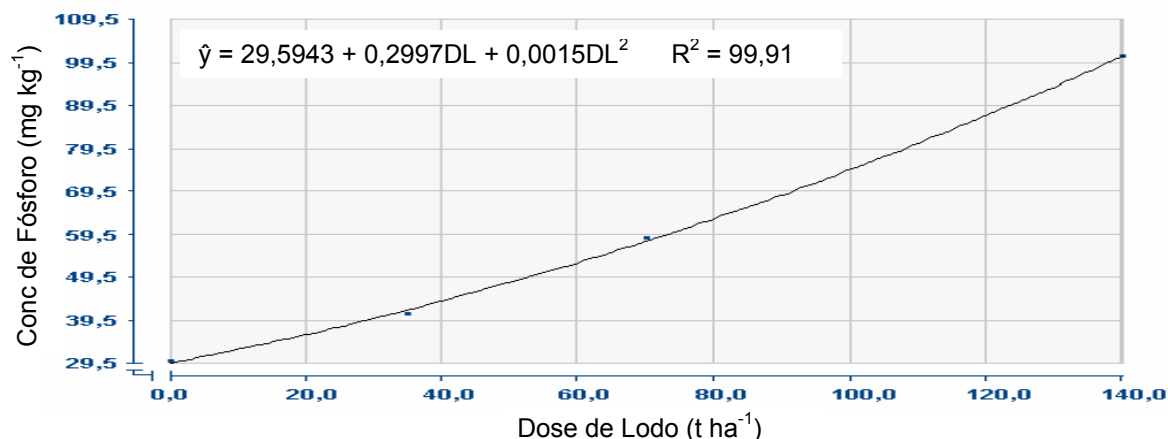


Figura 83: Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a superfície de óxidos de ferro e alumínio em função das doses de lodo aplicadas no solo **sem** calagem.

Já no solo onde se variou o pH, a única fração onde a concentração de fósforo foi influenciada pelo aumento na dose de lodo de esgoto aplicada foi a orgânica lábil, as outras frações não sofreram efeito dessa variação. Na fração orgânica lábil, a concentração de fósforo aumentou até o máximo de 209,3195 mg kg⁻¹ com o aumento da dose de 0 até 74 t ha⁻¹ depois houve uma redução da concentração do íon com a elevação da dose até 140 t ha⁻¹, como pode ser verificado na figura 84.

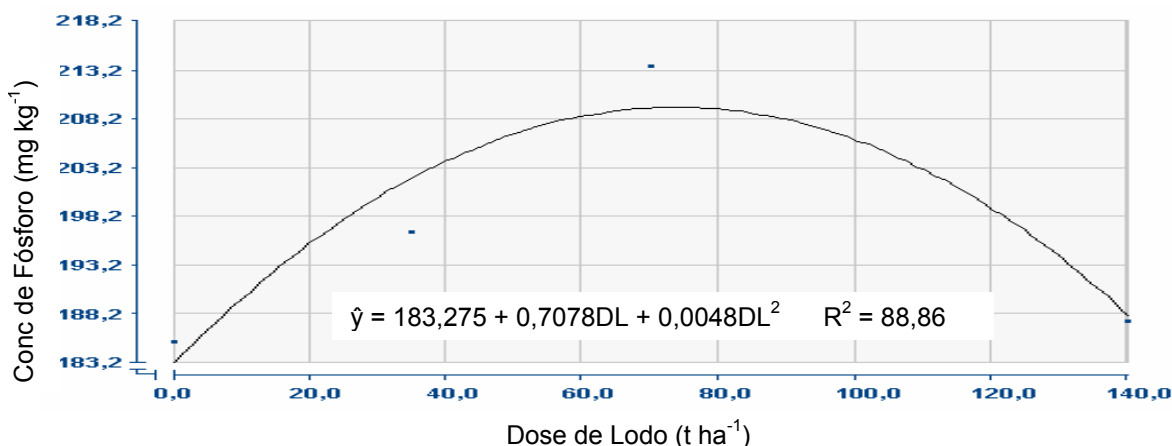


Figura 84: Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função das doses de lodo aplicadas no solo **com** calagem.

Observando o efeito do período de incubação em cada dose de biossólido aplicada tanto no solo com e sem calagem, as equações que melhor representaram esta influência na concentração de fósforo foi de modelo cúbico e de modelo descontínuo. Essas equações se encontram nos gráficos das figuras 85 a 94.

Nota-se que nos solos sem calagem, diferentemente do que aconteceu com os outros metais, o íon fósforo se distribui em todas as frações e se encontra em menor concentração na fração ligada a óxido de ferro e alumínio em todas as doses do biossólido estudadas comparada com as outras frações.

Na fração ligada a óxido de Fe e Al (figura 86), a concentração do íon analisado se comporta da mesma maneira em cada dose de lodo de esgoto aplicada no solo, durante todo período de incubação. Ou seja, o perfil dos gráficos é o mesmo em todas as doses. O mesmo aconteceu nas frações orgânica lábil (figura 87) e residual (figura 89), ou seja, o perfil dos gráficos cada uma das frações citadas anteriormente é o mesmo para cada uma das doses de lodo de esgoto aplicadas.

Já na fração lábil, a concentração de fósforo diminui durante todo período de incubação analisado. Essa redução acontece da mesma forma nas doses zero e 140 t ha⁻¹ e nas doses 35 e 70 t ha⁻¹, como mostrado na figura 85.

Agora na fração ligada a cálcio, figura 88, a concentração do íon estudado se comporta da mesma maneira nas doses zero e 35 t ha⁻¹ e nas doses 70 e 140 t ha⁻¹, durante todo o período de incubação analisado.

Comparando as concentrações de fósforo em todas as frações, nota-se uma migração do íon das frações lábil, orgânica lábil, ligada a Ca e residual para a fração ligada a óxido de ferro e alumínio. Isso é facilmente comprovado, pois no intervalo de 180 a 240 dias de incubação do lodo de esgoto no solo é a única fração em que a concentração de fósforo está aumentando, conforme a figura 86.

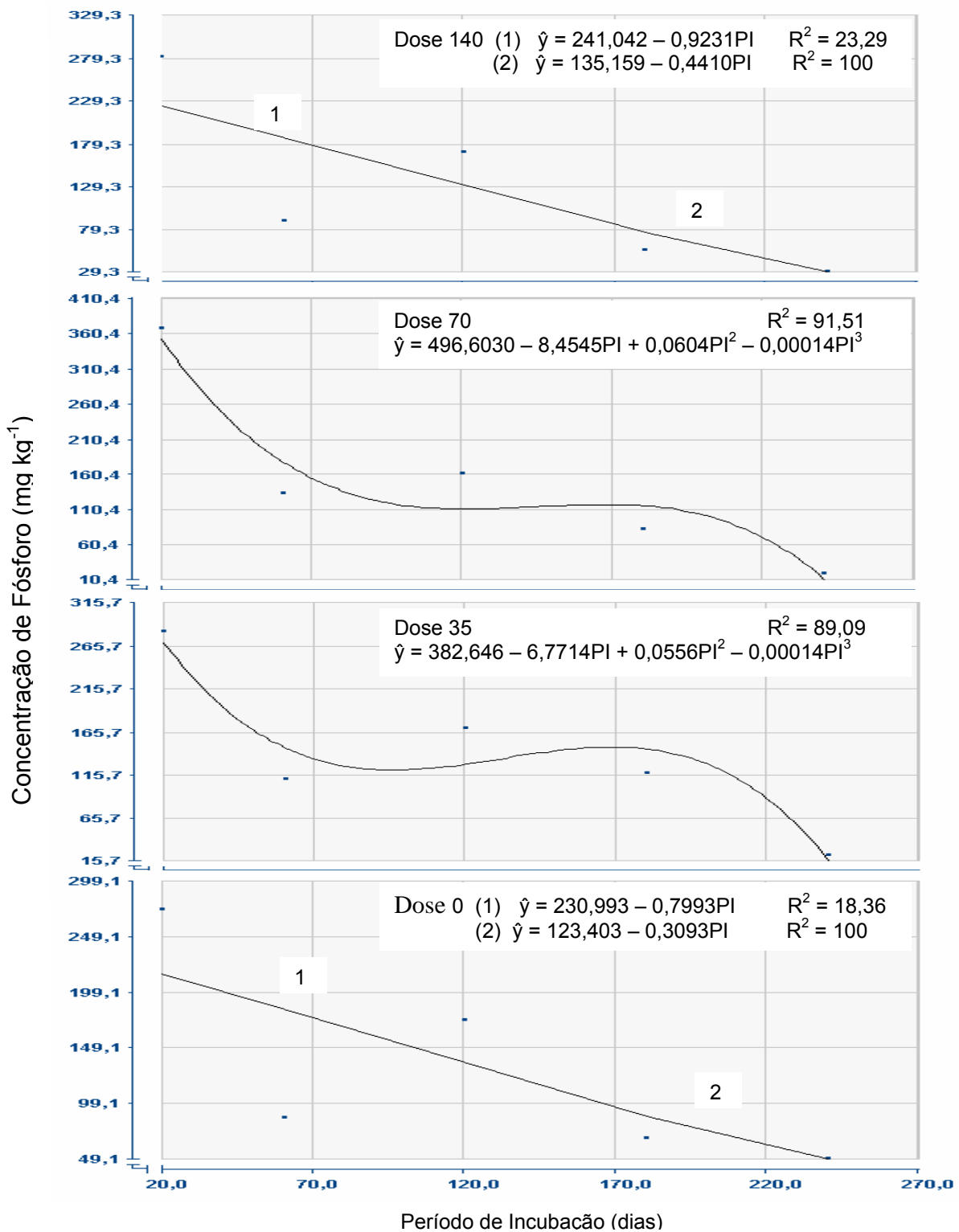


Figura 85: Estimativa da concentração de fósforo na fração lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

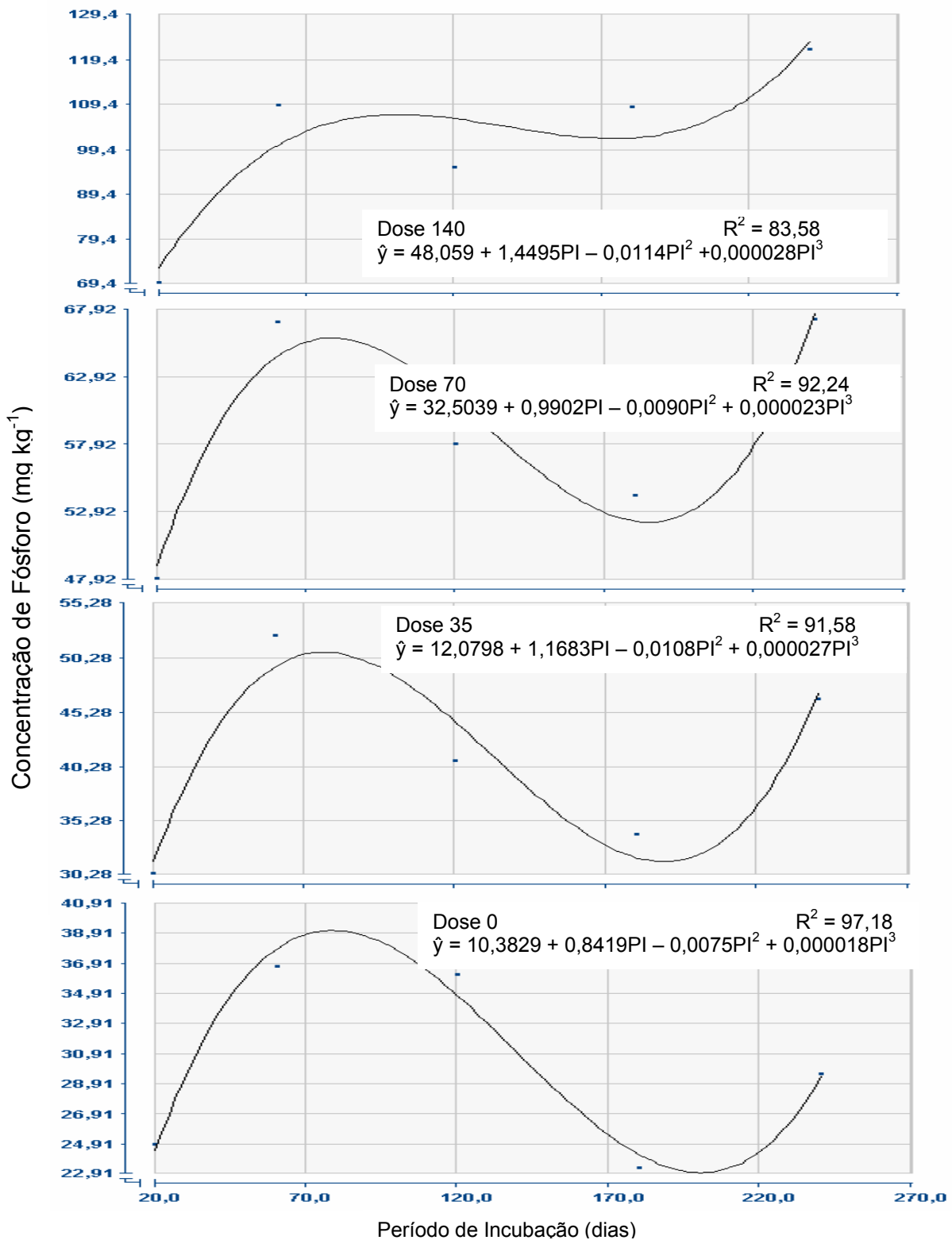


Figura 86: Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a óxido de ferro e alumínio em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

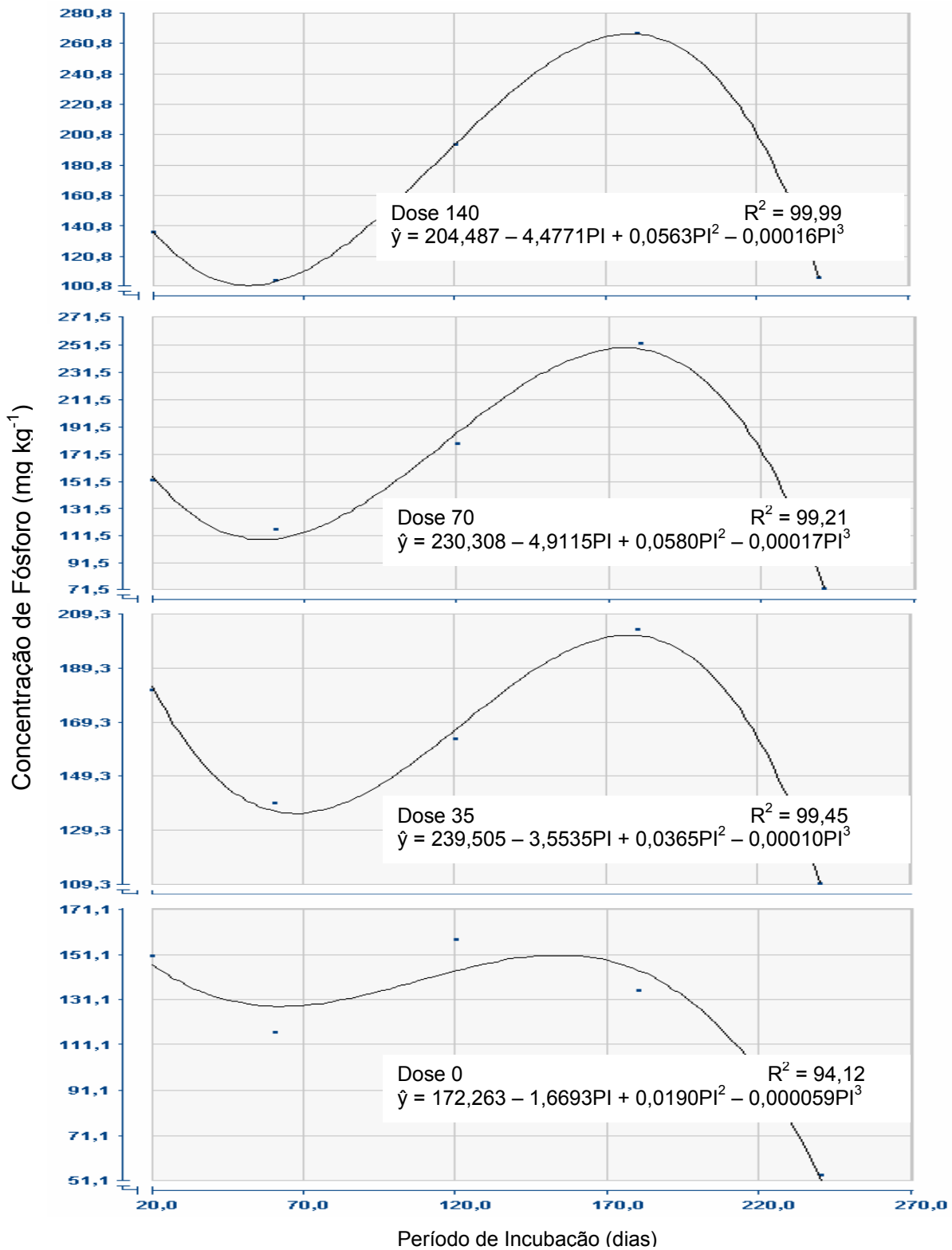


Figura 87: Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.

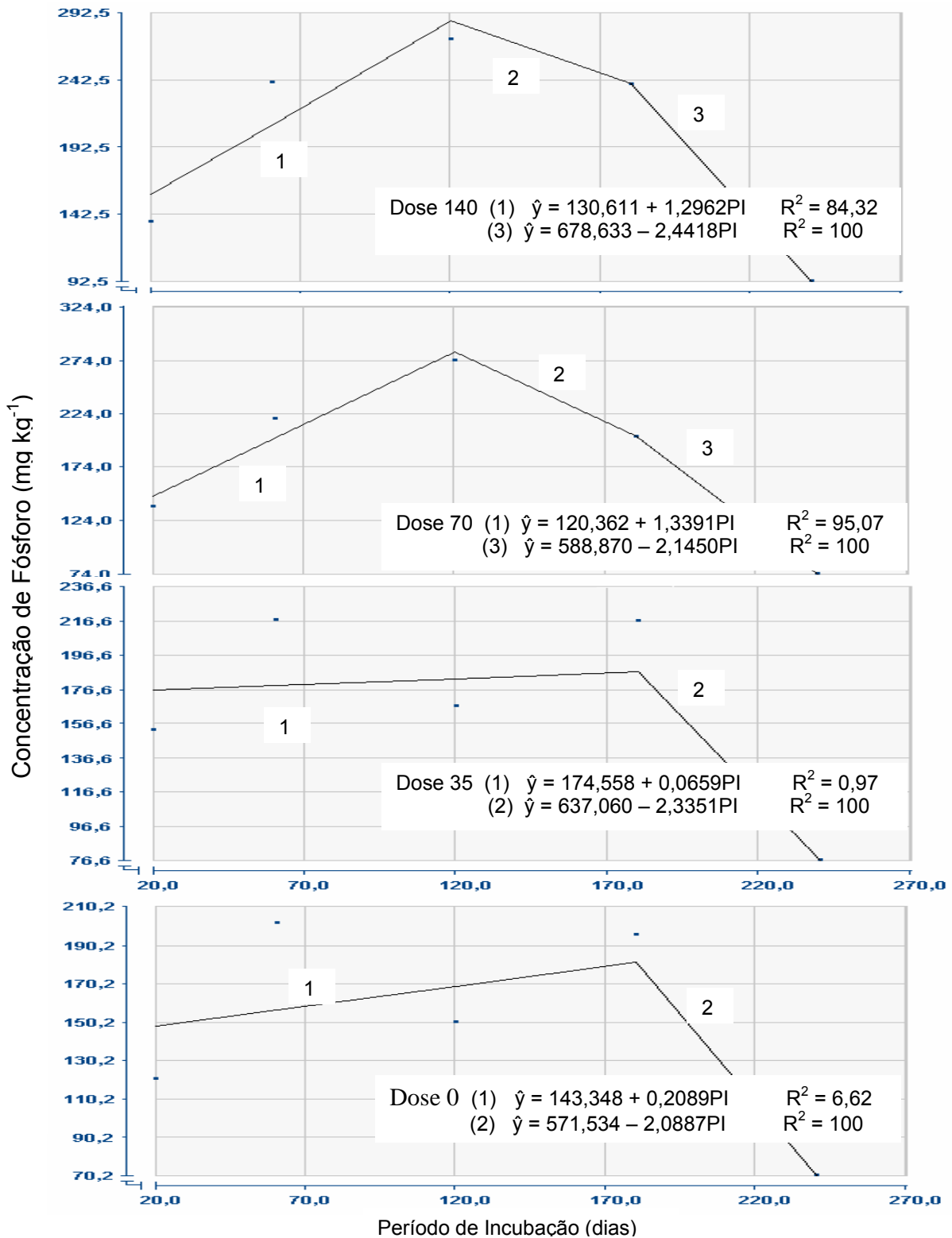


Figura 88: Estimativa da concentração de fósforo na fração ligado a Ca em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

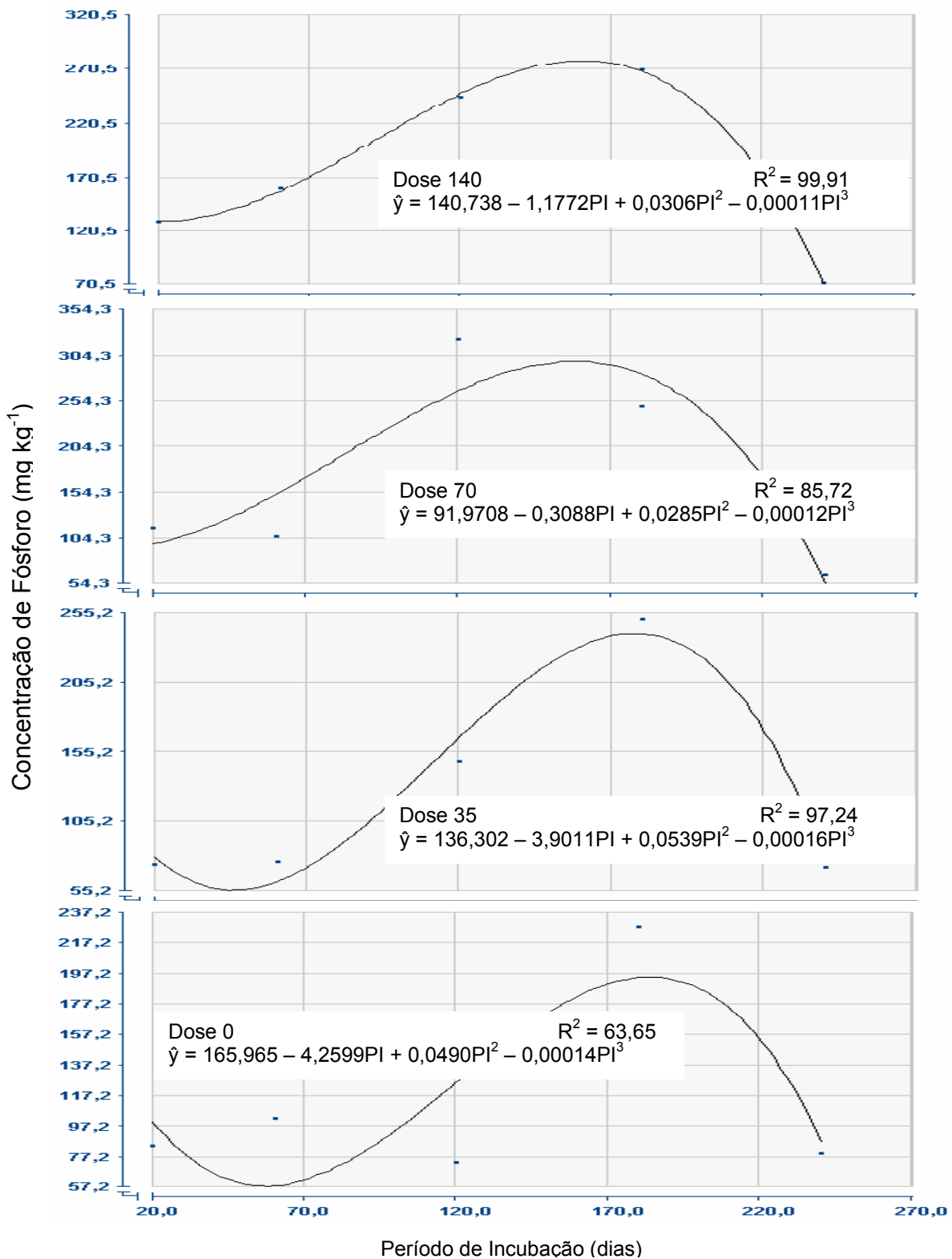


Figura 89: Estimativa da concentração de fósforo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **sem** calagem.

Confirmando o que foi visto nos solos sem calagem, o fósforo se distribuiu entre todas as frações nos solos com aplicação de calcário, e suas menores concentrações se encontram na fração ligada a óxido de ferro e alumínio.

Na fração lábil, figura 90, a concentração de fósforo variou de maneira diferente em cada dose de bio sólido aplicada durante todo o período incubação analisado. Nas doses zero e 35 t ha⁻¹ a concentração do íon aumenta nos primeiros dias de incubação e depois diminui nos últimos 4 meses. Na dose de 70 t ha⁻¹, a concentração diminui praticamente durante todo o período de incubação, tem-se uma pequena elevação no intervalo de 120 a 170 dias. A concentração de fósforo decai durante todo o período de incubação na dose de 140 t ha⁻¹ de lodo de esgoto aplicada.

De acordo com a figura 91, na fração ligada a óxido de Fe e Al, o perfil da curva é o mesmo para as doses 35 e 70 t ha⁻¹, ou seja, a variação da concentração do metal ocorre da mesma forma nestas doses.

Já na fração orgânica lábil, figura 92, a variação da concentração de fósforo durante o período de incubação analisado só se diferencia na dose de 140 t ha⁻¹.

Agora na fração ligada a cálcio, figura 93, a concentração do íon estudado se comporta da mesma maneira nas doses zero e 35 t ha⁻¹ e nas doses 70 e 140 t ha⁻¹, durante todo o período de incubação analisado.

Na figura 94, fração residual, a variação da concentração de fósforo durante o período de incubação analisado só se diferencia na dose de zero de lodo de esgoto.

Comparando as concentrações de fósforo em todas as frações, nota-se uma migração do íon das frações lábil, orgânica lábil, ligada a Ca e residual para a fração ligada a óxido de ferro e alumínio. Isso é facilmente comprovado, pois no intervalo de 180 a 240 dias de incubação do lodo de esgoto no solo é a única fração em que a concentração de fósforo está aumentando, confirmando o que foi dito para os solos sem calagem.

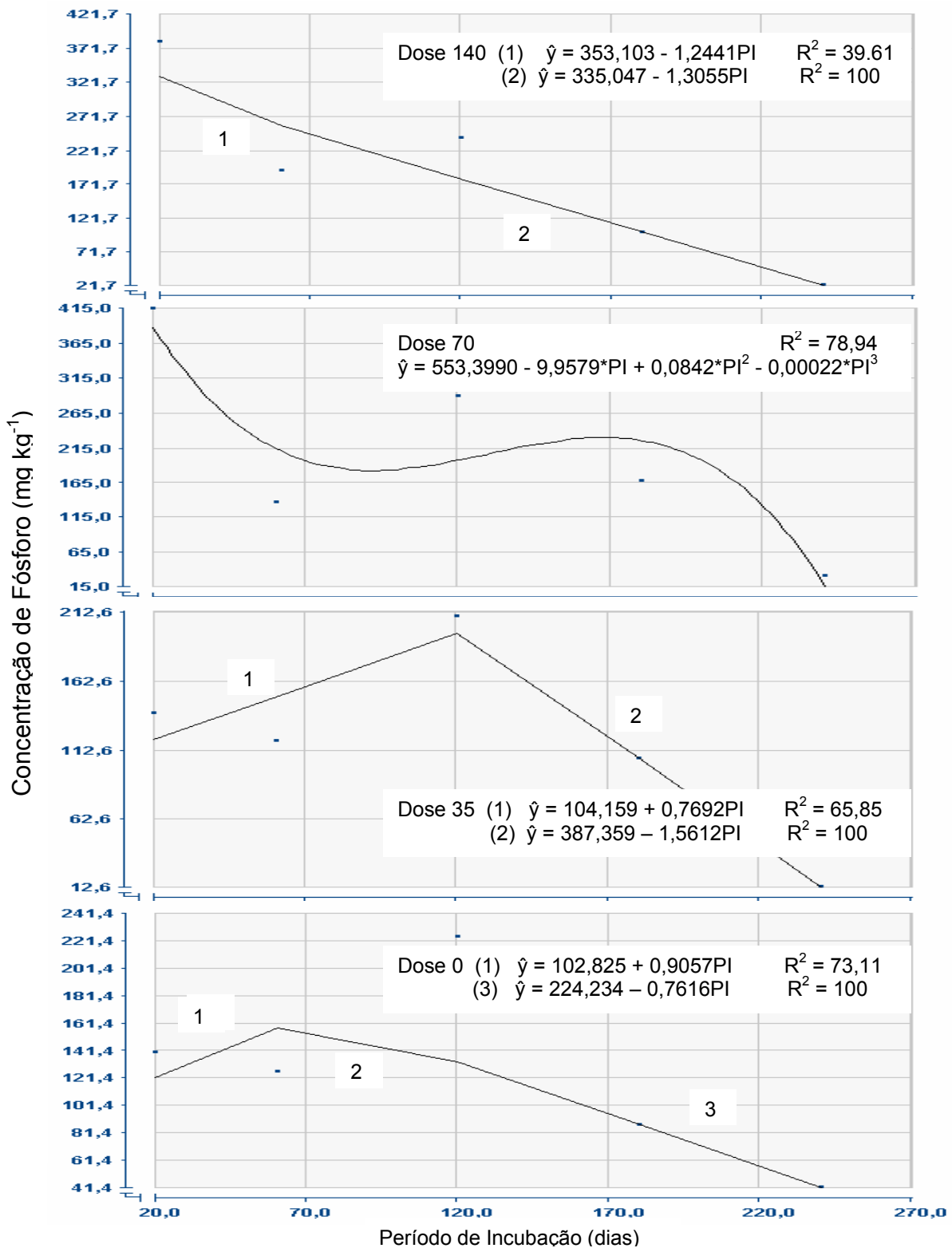


Figura 90: Estimativa da concentração de fósforo na fração lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

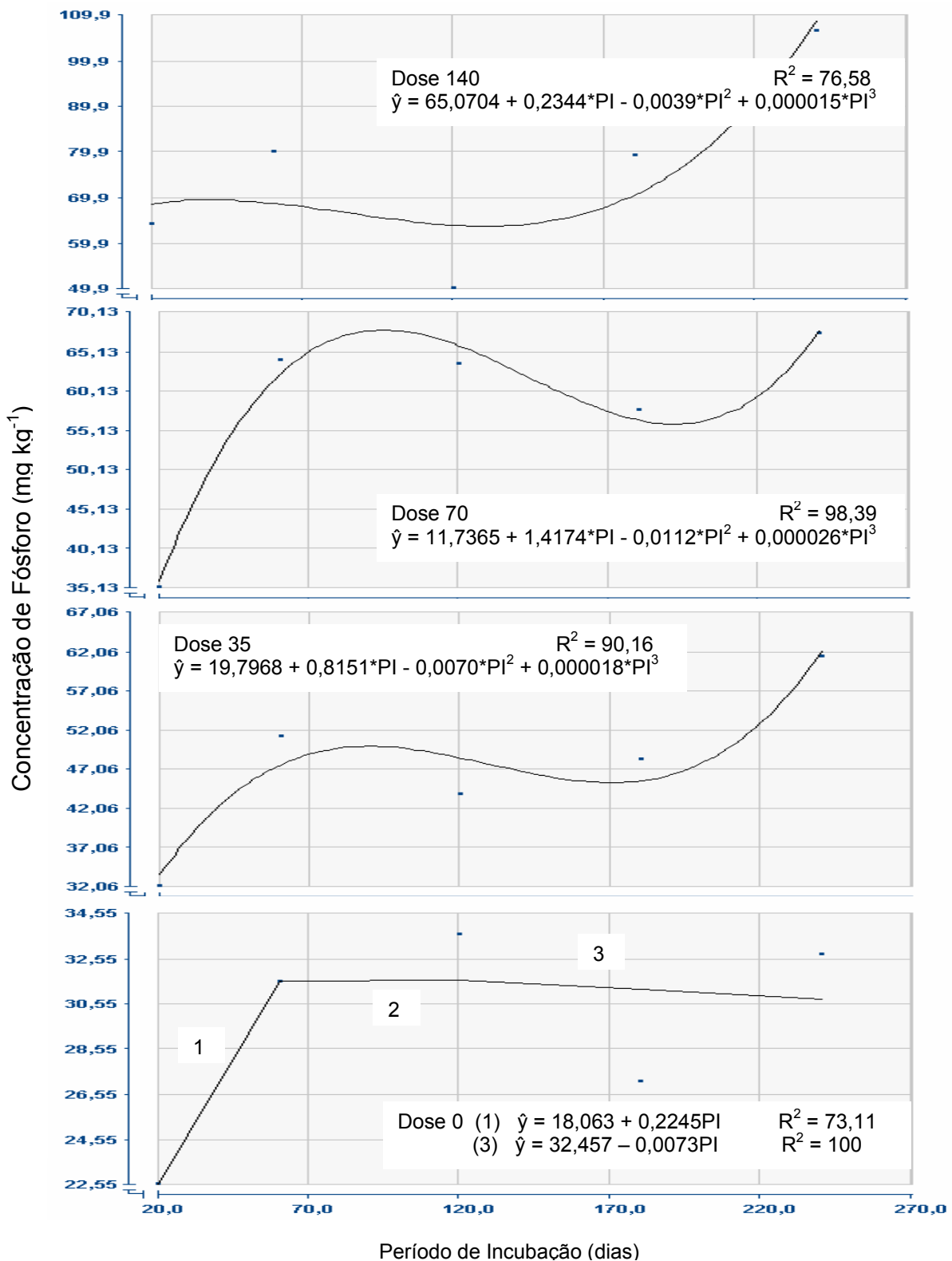


Figura 91: Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a óxido de Fe e Al em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

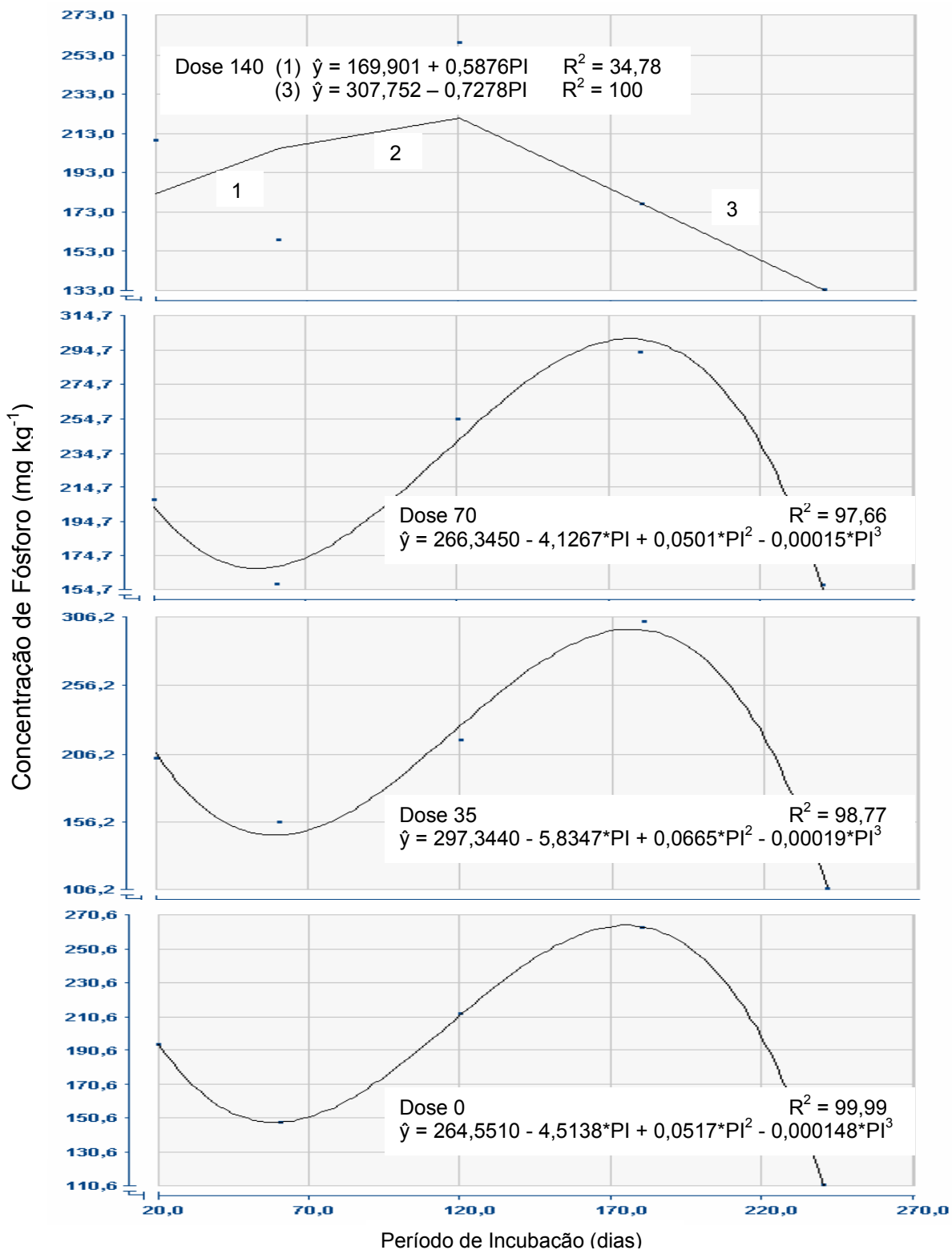


Figura 92: Estimativa da concentração de fósforo na fração orgânica lábil em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

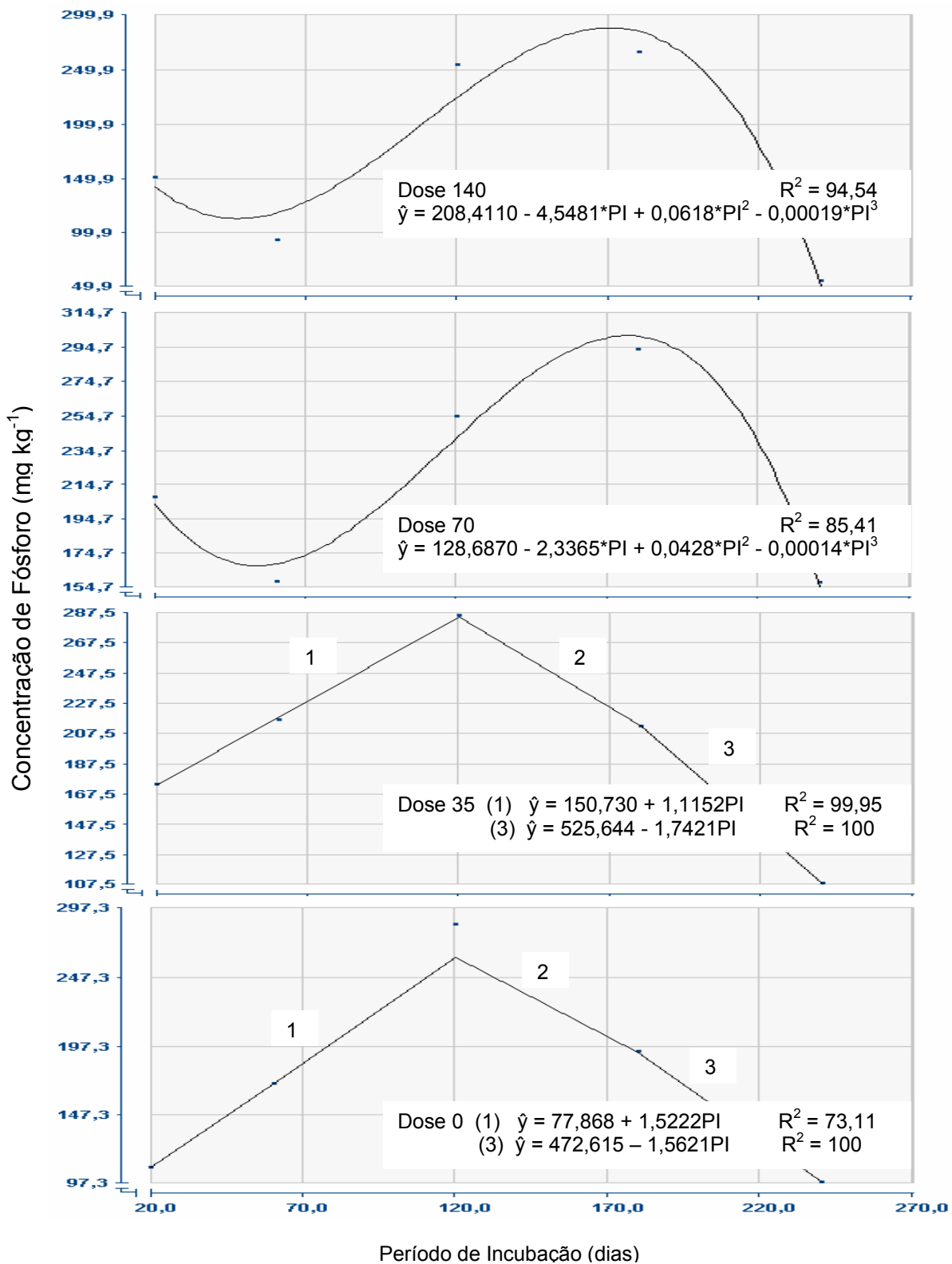


Figura 93: Estimativa da concentração de fósforo na fração ligada a Ca em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

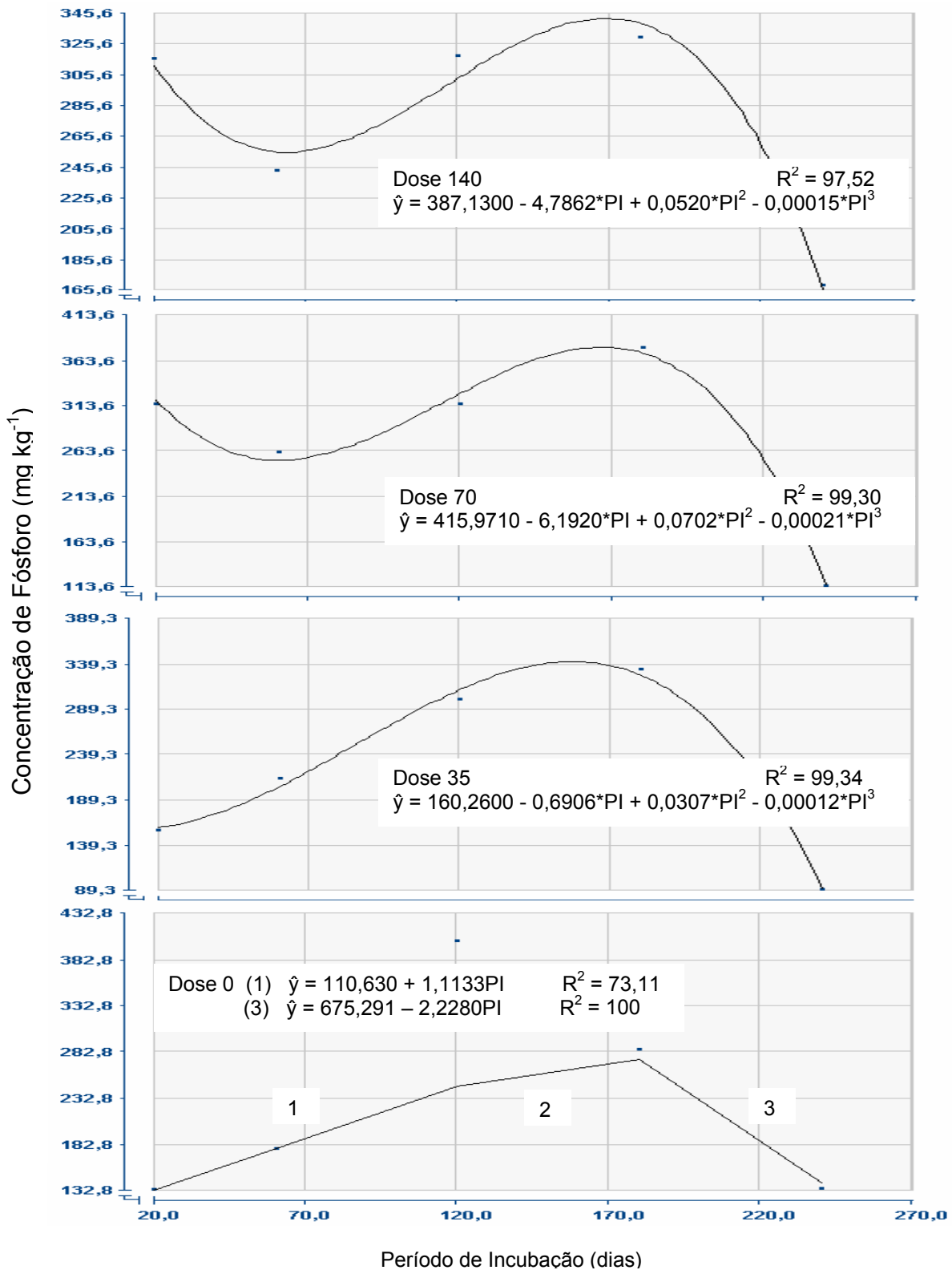


Figura 94: Estimativa da concentração de fósforo na fração residual em função do período de incubação nas diferentes doses de lodo de esgoto aplicadas no solo **com** calagem.

5. RESUMO E CONCLUSÃO

O lodo não deve ser encarado como um substituto do fertilizante mineral, mas sim um produto que deve ser associado ao fertilizante mineral para fornecer todos os nutrientes em concentração adequada às plantas. Pelo seu teor de minerais, principalmente N, P e micronutrientes, o lodo diminui as necessidades de uso de fertilizantes químicos. A indicação correta da complementação mineral deve ser feita pelo Engenheiro Agrônomo que acompanha a operação de valorização agrícola de lodo, e com base nas características do lodo, do solo, das necessidades da cultura e, se possível, também com base em ensaios de campo na própria região. (COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ, 1997).

Conduziu-se um experimento em casa de vegetação, utilizando-se lodo de esgoto da Estação de Tratamento de Esgoto Ipanema, da cidade de Ipatinga – MG incubado em um solo da cidade de Viçosa - MG em vasos de polietileno com capacidade de 5 dm³.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência de doses e do tempo de incubação desse bio sólido, produzido numa cidade de grande porte, sobre a disponibilidade de metais pesados e fósforo através de extrações seqüenciais.

Os tratamentos foram dispostos num esquema fatorial 2 x 4x 5, formado por duas doses de calcário (com e sem aplicação), quatro doses de lodo de esgoto (0, 35, 70 e 140 t ha⁻¹) e cinco períodos de incubação (20, 60, 120, 180 e 240 dias), no delineamento em blocos casualizados como em parcelas subdivididas, com quatro repetições.

Com bases nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

Todos os metais com exceção do fósforo, quando o lodo é adicionado ao solo, se encontram em maior concentração na fração residual, não-disponível, mostrando a tendência desses metais se estabilizarem. O fósforo, tanto no lodo quanto no solo, se distribui entre todas as frações.

O aumento das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo, no geral, aumentou a concentração dos metais analisados, tanto no solo sem calagem quanto no solo onde houve aplicação de calcário.

Para todos os elementos analisados, se observou que os íons migram-se entre as frações durante o todo período de incubação do bio-sólido no solo. Para o cádmio, o íon migra-se para a fração residual no solo sem calagem e migra-se para a fração orgânica no solo onde houve aplicação de calcário.

O chumbo, nos solos com calagem, a migração aconteceu das frações solúvel e orgânica para as frações adsorvida, ligada a óxido de ferro e manganês e residual. O mesmo ocorreu nos solos sem aplicação de calcário para dose de 140 t ha^{-1} . Nas doses zero, sem calagem, ocorre migração das frações adsorvida e residual para fração ligada a óxido de Fe e Mn. Na dose 35 t ha^{-1} , o íon migra-se das frações solúvel e residual para a fração ligada a óxido de Fe e Mn. E na dose de 70, a troca que íon faz é entre as frações solúvel e orgânica para frações ligada a óxidos de ferro e manganês e residual.

O cobre também se encontra em maior concentração na fração residual no solo, indicando a procura do íon pela estabilidade, pois no lodo a maior concentração do metal era na fração orgânica. A migração do íon ocorre para a fração residual no solo sem calagem. No solo com aplicação de calcário, nos últimos 20 dias de incubação, a concentração de cobre, na dose de 140 t ha^{-1} , diminuiu em todas as frações exceto na fração orgânica, mostrando que a migração do íon ocorreu das frações solúvel, adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn e residual para a fração orgânica.

O cromo migra-se entre uma fração e outra, isto ocorre das frações solúvel e adsorvida para as frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual. O metal se encontra em maior concentração no lodo de esgoto nas frações orgânica e ligada a óxido de Fe e Mn, e quando o bio-sólido é aplicado no solo, a maior concentração do metal é na fração residual.

O íon manganês, nos solos sem calagem, migra-se da fração solúvel para as frações adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual. Nos solos onde houve

aplicação de calcário, no intervalo de 200 a 240 dias de incubação, na dose 35 t ha⁻¹ de lodo de esgoto, a concentração de manganês aumentou em todas as frações exceto na fração solúvel, mostrando que a migração do íon ocorreu desta fração para as outras quatro frações (adsorvida, ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual).

No níquel a migração ocorreu das frações ligada a óxido de Fe e Mn, orgânica e residual para a fração solúvel.

O zinco migra-se das frações solúvel, adsorvida e orgânica para as frações ligada a óxido de Fe e Mn e residual, tanto nos solos sem calagem quanto nos solos com aplicação de calcário.

O fósforo migra das frações lábil, orgânico lábil, ligada a Ca e residual para fração ligada à superfície de óxidos de ferro e alumínio.

Durante o período estudado, pode se observar que os íons migram-se com o tempo entre as frações geoquímicas do solo. Seria necessário, então, um maior tempo de incubação do lodo de esgoto para observar se os metais irão se estabilizar em alguma das frações e diminuir a sua disponibilidade.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADEME.. Connaissance et maitrise des aspects sanitaires de l'épandage des boues d'épuration des collectivités locales. ADEME. 1998. 75p.

ANDREOLI, C.V.; VON SPERLING, M.; FERNANDES, F..Lodo de Esgotos: Tratamento e Disposição Final. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – UFMG; Companhia de Saneamento do Paraná, 2001. 484p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS E TÉCNICAS – ABNT. NBR 10004. RIO DE JANEIRO, 1987. 63p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS E TÉCNICAS – ABNT. NBR 10005. RIO DE JANEIRO, 1987. 10p.

ALMEIDA NETO, O.; BELLATO, C. R.; JORDÃO, C. P.; PEREIRA, J. L.. Avaliação das características físico-químicas e da concentração de metais pesados em lodo de esgoto. In: ENCONTRO REGIONAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA - MG, 15, 2001. Belo Horizonte. Livro de Resumos. Belo Horizonte: ERSBQ, 2001, p. AB-77.

AZEVEDO, F.A.; CHASIN, A.A.M.. Metais: gerenciamento da toxicidade. São Paulo. Editora Atheneu. 2003. 554p.

- BASTOS, M.E.P.; NEFUSSI, N.. Aspectos toxicológicos de agentes químicos. In: Centro Panamericano de Ecologia Humana e Salud. Programa Nacional de Seguridad de Lãs Substancias Químicas. México: 1986. 138p.
- BERTON, R.S.; CAMARGO, O.A.; VALADARES, J.M.A.S.. Absorção de nutrientes pelo milho em resposta à adição de lodo de esgoto a cinco solos paulistas. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 13, n. 2, 1989. p. 187-192.
- BETTIOL, W.; FRANCO, B.J.D.C.; CARVALHO, P.C.T.. Utilização do lodo de esgoto como fertilizante para cultura de arroz (*Oryza sativa* L. cv. IAC 165). Anais do II Congr. Bras. Inic. Cient. Ciênc. Agrárias, Piracicaba, ESALQ, 1982. p.218-219.
- BETTIOL, W.; CARVALHO, P.C.T.; FRANCO, B.J.D.. Utilização do lodo de esgoto como fertilizante. O Solo, v. 75, n.1, p.44-54, 1983.
- BOARETTO, A.E.; MURAOKA, T.; NAKAGAWA, J.; CHITOLINA, J.C.. Níquel e cádmio em grãos de feijão produzidos em solo incubado com lodo de esgoto. In: Reunião Brasileira de Fertilidade do solo e nutrição de plantas, 20. Piracicaba, 1992. Anais. Campinas, Fundação Cargill, 1992, p.400-401.
- CARNES, R.A . LOSSIN, R.D.. An investigation of the pH characteristics of compost. Compost Science, 11(5): 18-21, 1970.
- COGGER, C.; SULLIVAN, D.. Recycling municipal wastewater sludge in Washington. Washington State University, C EB1638. 1991. 9p.
- Comissão de Fertilidade do Estado de Minas Gerais. Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais. 5ª Aproximação. Antônio Carlos Ribeiro, Paulo Tácito Gontijo Guimarães, Victor Hugo Alvarez V., editores. Viçosa, MG, 1999.
- Companhia de Saneamento do Paraná.. Manual técnico para utilização agrícola do lodo de esgoto no Paraná. Curitiba: SANEPAR. 1997. 96p.

- COSTA, E.D.. Adsorção e competição de alguns metais por ácidos húmicos extraídos de latossolo húmico da região de Araponga, Minas Gerais. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa. 1991. 70p.
- DEFELIPO, B.V.; RIBEIRO, A.C.. Análise química do solo (Metodologia). Viçosa: UFV, Imprensa Universitária, 1981. 17p. (Boletim de Extensão, 29).
- DOWDY, R.H.; LIBERATI, J.J.; HINESLY, T.D.; GROSSMAN, R.B.; SULLIVAN, D.L.. Trace metal movement in a aeric ochraqualf following 14 years of annual sludge applications. *Journal of Environmental Quality*, v. 20, n. 1, 1991. p.119-123.
- EMBRAPA Manual de métodos de análise do solo. Rio de Janeiro, 1979, 205p.
- FAUST, J.G.; OBERST, R.L.. Economic value of biosolids to farmers. *Biocycle*, v.37, n.1, p.67-69, 1996.
- FERNANDES, F.; ANDRAUS, S.; ANDREOLI, C.V.; BONNET, B.R.P.; BORGES, J.C.; CANTO, L.A.; MEDEIROS, M.L.B.. Eficiência dos processos de desinfecção do lodo da Ete-Belém com vista a seu uso agrícola. *SANARE*, v.5, p.46-58, 1996b.
- FERNANDES, F.; COELHO, L.O.; NUNES, C.W.; SILVA, S.M.C.P.. Aperfeiçoamento da tecnologia de compostagem e controle de patógenos. *SANARE*, v.5, n.5, p.36-45, 1996a.
- FERNANDES, F.; SILVA, S.M.C.P.. Manual prático para compostagem de biossólidos. PROSAB – Programa de Pesquisa em Saneamento Básico – ABES, Rio de Janeiro, 1999. 84p.
- FIALHO, L.L.. Avaliação de vermicomposto contaminado com metais pesados, utilizando na purificação de efluentes de galvanoplastia, em culturas vegetais, e avaliação das concentrações metálicas nestes materiais por espectrofotometria de absorção atômica. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa. 2003. 77p.

- GALVÃO, L.A.C.; COREY, G.. Manganeso. México: Metepec, 1987. 64p. (Série Vigilância, 6)
- GOMES, P.C.; FONTES, M.P.F.; COSTA, L.M. da; MENDONÇA, E. de S. Extração fracionada de metais pesados em latossolo vermelho-amarelo. Revista Brasileira de Ciência do Solo, Viçosa, vol. 21, p.543-551, 1997.
- GOUVÊA, L.C.. Estudo da compostabilidade do lodo de esgoto e avaliação da distribuição química de metais pesados no decorrer do processo. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa. 1995. 255p.
- GUIDI, G.V.. Field trials in staly evaluate compost and fertilizers. Biocycle, 16 (1): 44-46, 1983.
- GUIMARÃES, C.R.B.; BOARETTO, A.E.; NAKAGAWA, J.. Utilização do lodo de esgoto em comparação com fertilizantes químicos feijão irrigado. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA EM CIÊNCIAS AGRÁRIAS, 2., Piracicaba, 1982. Anais. Piracicaba, ESALQ. 1982. p.216-8.
- HARADA, Y. e INOKO, A.. The measurement or the cation; exchange capacity of composts for the estimation of the degree of maturity. Soil Sci. Plant. Nutr., 26 (11): 127 – 134, 1980.
- HAVILAGH, J.. A micro-colorimetric method for determination of ammonia in Kjeldahl digest with manual spectrophotometer. Laboratory Practice. 1977, 545-574p.
- HAY, J.C.. Pathogen destruction and biosolids composting. Biocycle, v.37, n.6, p.67-76, 1996.
- HEDLEY, M.J., STEWART, J.W.B., CHAUHAN, B.S.. Changes in inorganic and organic phosphorus fractions induced by cultivation practices and by laboratory incubations. Soil Sci. Soc. Am. J. 46:970-976, 1982.
- HEDLEY, M.J., KIRK, G.J.D., SANTOS, M.B.. Phosphorus efficiency and the forms of soil phosphorus utilized by upland rice cultivars. Plant and Soil 158: 53-62,1994.

- KAMPRATH, E.J. e WELCH, C. D.. Retention and cation-exchange properties of organic matter in coastal plain soils. *Soil Sci. Amer. Proc.*, 26: 263-265, 1962.
- KELLER, P.. Proper degree of stability. *Biocycle*, 3(1): 178-180, 1991.
- KIEHL, E. J.. Fertilizantes orgânicos. Piracicaba: Agronômica Ceres, 1985. 492p.
- KIEHL, E.J.. Produção de composto orgânico e vermicomposto. *Informe Agropecuário*, Belo Horizonte. v 22, n. 212. 2001 p. 40-52.
- LÃ, O.R.; BARRA, C.M.; AMARAL SOBRINHO, N.M.B.; MAZUR, N.;VELLOSO, A.C.X.. Avaliação dos métodos de extração seqüencial de Tessier, Keller e Miller na determinação de ferro nativo em três tipos de solos: orgânico, brunizem e latossolo. *Química Nova*, vol 26, nº 3, 2003. p 323-330.
- LAKE, D.J.. Sludge disposal to land. In: Lester, J.M., ed. *Heavy metals in wastewater and sludge treatment process*. CRC Press, 1987. v.2.: Treatment and Disposal.
- LAGERWERFF, J.V.. Lead, mercury and cadmium as environmental contaminants. In: MORTVEDT, J.J.; GIORDANO, P.M.; LINDSAY, W.L. (ed.). *Micronutrients in agriculture*. Madison, S.S.S.A., 1972. p. 593-628.
- LOGAN, T.J.; LINDSAY, B.J.; GOINS, L.E.; RYAN, L.A.. Field assessment of sludge metal bioavailability to crops: sludge rate response. *Journal of Environmental Quality*, v. 26, n. 2, 1997. p. 534-550.
- LOGAN, T.J.; MATTIAZZO-PREZOTTO, M.E.. Avaliação da possibilidade de uso agrônômico de lodo de esgoto tratado com resíduo de indústria de cimento (CKD-Sludge). In: *Reunião Brasileira de Fertilidade do solo e nutrição de plantas*, 20. Anais, Piracicaba, 1992. Resumo. Campinas, Fundação Cargill, 1992, p.386-387, 1992.
- LONGSDON, G.. Beneficial biosolids. *Biocycle*, v.34, n.2, 43-44, 1993.

- LOURENÇO, R.S.; ANJOS, A.R.M.; LIBARDI, P.L.; MEDRADO, M.J.S.. Efeito do lodo de esgoto na produtividade de milho e feijão, no sistema de produção da bracinga. SANARE, v.5, n.5, p.90-92, 1996.
- LUDUVICE, M.L.. Uso e disposição final de lodos orgânicos – Biossólidos. Seminário Internacional de Tratamento e Disposição de Esgotos Sanitários – Tecnologia e Perspectivas para o Futuro. Brasília, DF – 09-12/07/1996. p.85-96, 1996.
- MALAVOLTA, E.. Fertilizantes e seu impacto ambiental: micronutrientes e metais pesados, mitos, mistificação e fatos. Produquímica. São Paulo.1994. 153p.
- MANN, S.S.; RITCHIE, G.S.P.. The influence of pH on the forms of cadmium in our west Australian soils. Australian Journal of Soil Research., , vol. 14, p. 255-270,1993
- MARQUES, M.O.. Efeitos da aplicação do lodo de esgoto na produtividade e qualidade da cana-de-açúcar. Piracicaba: USP/ESALQ, p.164, 1990. Tese de Doutorado.
- McBRIDE, M.B.; RICHARDS, B.K.; STEENHUIS, T.; RUSSO, J.J.; SAUVÉ, S.. Mobility and solubility of toxic metals and nutrients in soil fifteen years after sludge application. Soil Science, 162(7): 487-500, 1997.
- MELO, W.J.; MARQUES, M.O.; SANTIAGO, G.; CHELLI, R.A.; LEITE, S.A.S.. Efeitos de doses crescentes de lodo de esgoto sobre frações da matéria orgânica e CTC de um latossolo cultivado com cana-de-açúcar. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 18, n. 3, 1994. p. 449-455.
- MIYAZAWA, M.; KAMAGAWA, M.Y.; MATTOS, M.S.; MORAES, S.R.; PARRA, M.S.. Lixiviação de metais pesados do lodo de esgoto no solo. SANARE, v.5, n.5, p.63-67, 1996. Curitiba.
- MORITA, D.M.. Tratabilidade de águas residuárias contendo poluentes perigosos – estudo de caso. Tese Doutorado. Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. 1993. 885p.

- MORTVEDT, J.J.. Heavy metal contaminants in inorganic and organic fertilizers. *Fertilizer Research*, 43: 55-61, 1996.
- MOSCALEWKI, W.S.; LEAL, T.E.; RAUTENBERG, L.C.X.B.; SENFF, A.M.; SERATIUCK, L.I.K.I.; SOUZA, C.L.G.. Eliminação por tratamento químico do *Vibrio cholerae* em amostras de lodo. *SANARE*, v.5, n.5, p.59-62, 1996.
- NASCENTES, C.C.. Efeitos do composto de lixo urbano na disponibilidade e absorção de metais pesados em alface. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa. 1998. 99p.
- OHLWEILER, O. A.. Química analítica quantitativa, 2ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1981. 97p.
- OLIVEIRA, F.C.. Disposição de lodo de esgoto e composto de lixo urbano num latossolo vermelho-amarelo cultivado com cana-de-açúcar. Dissertação de Doutorado. Escola Superior de Agricultura Luiz Queiroz. Piracicaba, 2000. 247p.
- OUTWATER, A.B.. Reuse of sludge and minor wastewater residuals. S.1.: Lewis Publishers.1994.
- PAGE, A.L.; CHANG, A.C.. Overview of the past 25 years: technical & perspective. In: Clapp, C.E.; Larson, W.E.; Dowdy, R.H. *Sewage sludge: Land utilization and the environmental*. American Society of Agronomy, Madison, p.3-5, 1994.
- PARR, J.F.; WILSON, G.B.. Recycling organic wastes to improve soil productivity. *Hort Science*, v.15, n.2, p.162-166, 1980.
- PEREIRA NETO, J.T.. On the treatment of municipal refuse and sewage sludge using aerated static pile composting: a low cost technology approach, Leeds, Universidade de Leeds, 1987. 276p. (Tese Ph. D.).
- PIETZ, R.I.; CARLSON, C.R.; PETERSON JÚNIOR, J.R.; ZENZ, D.R.; LUE-HING, C.. Application of sewage sludge and other amendments to coal refuse material: III effects

- on percolate water composition. *Journal of Environmental Quality*, v.18, 1989. p. 174-179.
- PROSAB.. Uso e manejo do lodo de esgoto na agricultura. Programa de Pesquisa em Saneamento Básico. Rio de Janeiro. 1999. 97p.
- SABESP. SANEGRA: Saneamento da Grande São Paulo. (São Paulo). Superintendência de Divulgação. 1979. 16p.
- SAGGAR, S.; HEDLEY, M.J.; WHITE, R.E.. A simplified resin membrane technique for extracting phosphorus from soils. *Fertilizer Research*. v.24, p. 173-180. 1990.
- SILVA, F.C.. Uso agrônômico de lodo de esgoto: efeitos em fertilidade do solo e qualidade da cana-de-açúcar. Dissertação de Doutorado. Escola Superior de Agricultura Luiz Queiroz. Piracicaba, 1995. 159p.
- SILVA, F.C.; BOARETTO, A.E.; BERTON, R.S.; ZOTELLI, H.B.; PEXE, C.A.; MENDONÇA, E.. Cana-de-açúcar cultivada em solo adubado com lodo de esgoto: nutrientes, metais pesados e produtividade. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v. 13, n. 1, 1998. p 1-8.
- SILVA. F.C.. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. EMBRAPA, Brasília, 370 pp, 1999.
- SILVA, D. J.. Análise de alimentos (Métodos químicos e biológicos). Viçosa: UFV, 1960. 165p.
- SIMEONI, L.A.; BARBARICK, K.A.; SABEY, B.R.. Effect of samall-scale composting of sewage sludge on heavy metals avaibility to plants. *Journal Environmental Quality*, v. 13, n. 2, 1984. p. 264-268.
- SIMONETE, M.A.. Alterações nas propriedades químicas de um argissolo adubado com lodo de esgoto e desenvolvimento e acúmulo de nutrientes em plantas de milho. Dissertação de Doutorado. Escola Superior de Agricultura Luiz Queiroz. Piracicaba. 2001. 89 p.

- SIQUEIRA, J.O.. Biotecnologia do solo. Fundamentos e perspectivas. Brasília, MEC, ABEAS/ESAL, FAEDE, 1988.
- SOLYON, P.. Inter. Calibration of methods for chemical analysis of sludge. *Vatten*, 33(1): 1977. p.21-26.
- SOMMERS, L.E.. Chemical composition of sewage sludge and analysis of their potential use as fertilizers. *Journal of Environmental Quality*, v. 6, n. 2, p. 225-232, 1977.
- STARK, S.A.; CLAPP, C.E.. Residual nitrogen availability from soils treated with sewage sludge in a field experiment. *Journal Environmental Quality*, v. 9, n. 3, 1980. p. 505-512.
- TAVARES, T.M.; CARVALHO, F.M.. Avaliação da exposição de populações humanas a metais pesados no ambiente: exemplo Recôncavo Baiano. *Química Nova*, v. 15, n. 2, p. 147-153, 1992.
- TESSIER, A.; CAMPBELL, P.G.C.; BISSON, M.. Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry*, v 51, p. 844-851, 1979.
- THOMAZ – SOCCOL, V.; PAULINO, R.C.; CASTRO, E.A.. Metodologia para análise parasitológica em lodo de esgoto. In: Manual de métodos para análises microbiológicas e parasitológicas em reciclagem agrícola de lodo de esgoto. Andreoli e Bonnet, Curitiba. 2 ed. Rev e ampl. 28-41.
- UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE – USDA. Report and recommendations on organic farming. Washington, D C U S Governmente, July, 1980. 94p. (620-220/3641).
- WILLSON, G.B.; PARR, J.F.; EPSTEIN, E.; MARSH, P.B.; CHANEY, R.L.; COLACICCO, D.; BURGE, W.D.; SIKORA, L.J.; TESTER, C.F.; HORNICK, S.; RYAN, J.A.. Manual for composting sewage sludge by the beltsville aerated-pile method. Ohio, Laboratory

Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, 1980. 65p.

www.livrariaceres.com.br/fosforo_na_agricultura_brasileira.htm

www.cdcc.sc.usp.br/elementos/fosforo.html

www.etg.ufmg.br

www.bibl.ita.br/viiiencita/caracterizacao/tratamento/aguasresiduarias.pdf - (VILLAR, L.D.; GRACIA Jr, O.. Caracterização do resíduo gerado no tratamento de águas residuárias domésticas quanto à presença de metais: estudo de caso)

www.ufsm.br/ppgcs/congressos/fertbio2000/fertbio2000.htm - (CONTE, E.; ANGHINONI, I.; RHEINHEIMER, D.S.. Formas de acumulação de fósforo em solo no sistema de plantio direto com aplicações crescentes de fertilizante fosfatado.

APENDICE

Quadro 23: Correção do F de regressão nas diferentes frações em função das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo sem calagem.

$$F_c = T^2 \frac{QM\ IR}{QM\ resíduo / r}$$

Onde : QM IR = Quadrado Médio Independente da Regressão

QM resíduo = Quadrado Médio do Resíduo (a) da ANOVA

r = média das repetições (4) e média dos períodos de incubação (5)

Variável	T	Quadrado Médio Independente da Regressão	Quadrado Médio do Resíduo (a)	r	Fc
Cd solúvel	-1,261107	0,001219	0,007669	20	5,05*
Cd adsorvida	0,021253	0,016501	0,093589	20	0,00 ^{ns}
Cd óxido Fe e Mn	1,972027	0,000387	0,003696	20	8,15**
Cd orgânica	-1,203230	0,001645	0,008904	20	5,35*
Cd residual	-0,733989	0,009273	0,290894	20	0,34 ^{ns}
Pb solúvel	-4,938310	0,002692	0,108366	20	12,12**
Pb adsorvida	17,086800	0,000133	0,027004	20	28,83**
Pb óxido Fe e Mn	2,625740	0,000437	0,028110	20	2,14 ^{ns}
Pb orgânica	-1,050630	0,000699	0,013179	20	1,17 ^{ns}
Pb residual	0,950522	24,261420	67,273490	20	6,52*
Cu solúvel	-1,603380	0,000134	0,005521	20	1,25 ^{ns}
Cu adsorvida	-2,605070	0,000434	0,002455	20	23,99**
Cu óxido Fe e Mn	-0,599209	0,001693	0,048451	20	0,25 ^{ns}
Cu orgânica	0,339867	0,175149	0,296130	20	1,37 ^{ns}
Cu residual	0,130720	0,175332	2,022498	20	0,03 ^{ns}
Cr solúvel	-0,574889	0,003731	0,009792	20	2,52 ^{ns}
Cr adsorvida	-85,978000	0,000002	0,194789	20	1,33 ^{ns}
Cr óxido Fe e Mn	3,610980	0,041381	7,314042	20	1,48 ^{ns}

Cr orgânica	11,096900	0,003612	3,145059	20	2,83 ^{ns}
Cr residual	2,094950	0,191832	6,519013	20	2,58 ^{ns}
P1 lábil	-3,727590	28,406250	5872,819000	20	1,34 ^{ns}
P óxido Fe e Al	4,083670	2,529081	162,599200	20	5,19*
P orgânico lábil	-1,176830	193,369300	1825,616000	20	2,93 ^{ns}
P ligado Ca	-18,080300	0,190441	2202,466000	20	0,57 ^{ns}
P residual	-0,866380	330,022300	4489,845000	20	1,10 ^{ns}
Mn solúvel	-1,235990	0,073091	1,788646	20	1,25 ^{ns}
Mn adsorvida	-0,292714	0,129043	1,509897	20	0,15 ^{ns}
Mn óxido Fe e Mn	0,712298	0,848950	2,077411	20	4,15 ^{ns}
Mn orgânica	-0,520880	0,042526	1,762089	20	0,13 ^{ns}
Mn residual	-4,021270	0,633005	69,336851	20	2,95 ^{ns}
Ni solúvel	-0,581885	0,000109	0,000292	20	2,54 ^{ns}
Ni adsorvida					
Ni óxido Fe e Mn	-0,214477	0,002045	0,221191	20	0,01 ^{ns}
Ni orgânica	0,464428	0,001077	0,050540	20	0,09 ^{ns}
Ni residual	0,062792	4,665068	9,307973	20	0,04 ^{ns}
Zn solúvel	-51,538600	0,000016	0,458181	20	1,88 ^{ns}
Zn adsorvida	23,913100	0,000075	0,085353	20	10,12**
Zn óxido Fe e Mn	5,833140	0,005692	0,517241	20	7,49*
Zn orgânica	-1,344070	0,008094	0,052883	20	5,53*
Zn residual	-5,247260	0,333791	20,218429	20	9,09**

*,** = significativo a 5 e 1 % de probabilidade.

ns = não significativo

Quadro 24: Teste de F da regressão nas diferentes frações em função das doses de lodo de esgoto aplicadas no solo com aplicação de calcário.

$$F_c = T^2 \frac{QM\ IR}{QM\ resíduo / r}$$

Onde : QM IR = Quadrado Médio Independente da Regressão

QM resíduo = Quadrado Médio do Resíduo (a) da ANOVA

r = média das repetições (4) e média dos períodos de incubação (5)

Variável Dependente	T	Quadrado Médio Independente da Regressão	Quadrado Médio do Resíduo (a)	r	Fc
Cd solúvel	-1,242352	0,008437	0,007669	20	33,96**
Cd adsorvida	-6,240628	0,000008	0,093589	20	0,07 ^{ns}
Cd óxido Fe e Mn	-1,779650	0,001762	0,003696	20	30,20**
Cd orgânica	-0,656533	0,002916	0,008904	20	2,82 ^{ns}
Cd residual	1,524149	0,038429	0,290894	20	6,14*
Pb solúvel	-3,421080	0,000578	0,108366	20	1,25 ^{ns}
Pb adsorvida	-0,762466	0,000386	0,027004	20	0,17 ^{ns}
Pb óxido Fe e Mn	3,149730	0,000863	0,028110	20	6,09*
Pb orgânica	-1,022320	0,002383	0,013179	20	3,78 ^{ns}
Pb residual	0,239024	23,497550	67,273490	20	0,40 ^{ns}
Cu solúvel	-1,622370	0,000158	0,005521	20	1,50 ^{ns}
Cu adsorvida	0,170454	0,000521	0,002455	20	0,12 ^{ns}
Cu óxido Fe e Mn	-22,164900	0,000016	0,048451	20	3,32 ^{ns}
Cu orgânica	-3,230680	0,001369	0,296130	20	0,96 ^{ns}
Cu residual	4,090830	0,076521	2,022498	20	12,66**
Cr solúvel	1,452960	0,000092	0,009792	20	0,40 ^{ns}
Cr adsorvida	-1,712810	0,003446	0,194789	20	1,04 ^{ns}

Cr óxido Fe e Mn	-0,190832	1,134403	7,314042	20	0,11 ^{ns}
Cr orgânica	-0,877974	1,091926	3,145059	20	5,35*
Cr residual	6,970290	0,112544	6,519013	20	16,78**
P lábil	-0,560851	2162,709000	5872,819000	20	2,32 ^{ns}
P óxido Fe e Al	-2,528900	4,122858	162,599200	20	3,24 ^{ns}
P orgânica lábil	-2,820340	54,848310	1825,616000	20	4,78*
P ligada Ca	0,134569	1316,011000	2202,466000	20	0,22 ^{ns}
P residual	-0,322615	960,399700	4489,845000	20	0,45 ^{ns}
Mn solúvel	2,727170	0,275085	1,788646	20	22,88**
Mn adsorvida	1,565300	0,053680	1,509897	20	1,74 ^{ns}
Mn óxido Fe e Mn	0,838038	0,442365	2,077411	20	2,99 ^{ns}
Mn orgânica	3,205840	0,043223	1,762089	20	5,04*
Mn residual	0,880956	11,298070	69,336851	20	2,53 ^{ns}
Ni solúvel	0,477995	0,000276	0,000292	20	4,33*
Ni adsorvida					
Ni óxido Fe e Mn	0,388507	0,007122	0,221191	20	0,10 ^{ns}
Ni orgânica	0,311491	0,010836	0,050540	20	0,42 ^{ns}
Ni residual	5,314570	0,271948	9,307973	20	16,50**
Zn solúvel	1,592170	0,039026	0,458181	20	4,32*
Zn adsorvida	2,201060	0,050803	0,085353	20	57,67**
Zn óxido Fe e Mn	-0,298474	0,058457	0,517241	20	0,20 ^{ns}
Zn orgânica	27,650500	0,000067	0,052883	20	19,50**
Zn residual	0,247153	17,274960	20,218429	20	1,04 ^{ns}

*,** = significativo a 5 e 1 % de probabilidade.

ns = não significativo