UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
CENTRO DE ENERGIA NUCLEAR NA AGRICULTURA

ANTONIO LEITE FLORENTINO

Fertilidade do solo, nutrição mineral, produtividade e metais pesados em plantações de eucalipto com efeito residual de lodo de esgoto

Piracicaba
2016

ANTONIO LEITE FLORENTINO

Fertilidade do solo, nutrição mineral, produtividade e metais pesados em plantações de eucalipto com efeito residual de lodo de esgoto

Dissertação apresentada ao Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências

Área de Concentração: Energia Nuclear na Agricultura e no Ambiente

Orientador: Prof. Dr. Cassio Hamilton Abreu Junior

Piracicaba

2016

AUTORIZO A DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Seção Técnica de Biblioteca - CENA/USP

Florentino, Antonio Leite

Fertilidade do solo, nutrição mineral, produtividade e metais pesados em plantações de eucalipto com efeito residual de lodo de esgoto / Antonio Leite Florentino; orientador Cassio Hamilton Abreu Junior. - - Piracicaba, 2016.

141 p. : il.

Dissertação (Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Ciências. Área de Concentração: Energia Nuclear na Agricultura e no Ambiente) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo.

1. Macronutrientes 2. Manejo florestal 3. Matéria orgânica do solo 4. Micronutrientes 5. Nutrição vegetal 6. Nutrientes minerais do solo 7. Poluição do solo 8. Silvicultura 9. Uso do solo I. Título

CDU (631.45 + 628.38) 582.776.2

A Deus, por proporcionar "sempre" paciência e perseverança que, a cada dia me FORTALECE para realizar novas conquistas.

Aos meus avós: paternos, João (in memoriam) e Maria e, maternos Manoel (in memoriam) e Joana (in memoriam). Sei que vocês transmitiram muitos exemplos de VIDA!

A todos os meus irmãos, irmãs, sobrinhos, sobrinhas, cunhados e cunhadas a todo apoio e paciência nesta caminhada. Vocês são minha PRECIOSA conquista!

À Ilizete Gasperin e família a COMPANHIA e momentos felizes.

OFEREÇO

Aos meus pais, Samuel (in memoriam) e Maria Elena que, do modo deles, SIMPLICIDADE, me deram educação e honestidade e, especialmente, muito carinho e amor.

DEDICO

AGRADECIMENTOS

A Deus à vida, saúde e ensinamentos eternos;

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciências do Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA) a oportunidade concedida;

À CAPES a bolsa concedida durante o curso de mestrado;

À FAPESP aos recursos do projeto Processo nº 2004/15097-0;

Ao CNPq aos recursos do projeto Processo nº 485205/2012-2;

Ao professor Cassio Hamilton Abreu Junior as oportunidades, ensinamentos e orientações;

Ao Dr. Alexandre de Vicente Ferraz a todo apoio e orientação para realização do trabalho;

Ao Prof. José Leonardo de Moraes Gonçalves as colaborações e orientações neste trabalho;

Ao Dep. de Ciências Florestais da ESALQ/USP ao apoio e infraestrutura durante o trabalho, e aos seus funcionários e professores que colaboraram na minha formação acadêmica;

À Suzano Bahia Sul Papel e Celulose S.A ao apoio e logística durante todo o estudo, em especial seus funcionários Dileto B. Baú, Izabel C. G. de Souza, Joel Madella e José L. Gava;

À toda equipe do Laboratório de Nutrição Mineral de Plantas do CENA a ajuda nas atividades de campo e laboratório, dedicação e vivências compartilhadas, em especial ao Prof. José Lavres Junior, Prof. Antonio Enedi Boaretto, Suzineide de F. M. de Almeida, Cleusa P. Cabral, Joaquim E. M. dos Santos, Alan dos S. Lopes, e os alunos Elcio, Fernando, Gabriel, Marcelo, Sarah, Carol, Gustavo, Marcos, Manoel, Natália e Verônica;

À toda equipe do Laboratório Fertilidade do Solo do CENA a ajuda nas análises laboratoriais, dedicação e amizade, em especial ao Prof. Takashi Muraoka, Marileusa A. B. Elias, Sandra T. P. dos Santos e os alunos Aijanio, Cristiano, Fábio, Marco Antonio, Thais e Thiago;

À toda equipe do Laboratório de Química Analítica do CENA a ajuda nas análises químicas e atenção, em especial, Prof. Francisco J. Krug; Aparecida de Fátima Patreze; Cláudia M. F. Corrêa; Sheila R. W. Perdigão e Lidiane C. Nunes;

A toda equipe da EECF de Itatinga a ajuda nas atividades de campo, momentos de alegrias e amizade, em especial ao Antônio L. de Moraes, Daniel dos S. Fernandes, Dorival M. Lourenço, Elaine C. S. Casonato, Lourival Fermiano, Rildo Moreira e Moreira, os estagiários de férias (Turma de ago./2015) e permanentes (Aurélio, Gilvan, João e Letícia);

Aos funcionários do Instituto de Pesquisas e Estudos Florestais (IPEF) a ajuda na coleta de folhas e amizade, em especial ao Israel Vieira, Edson Fonseca, Eveli Ramos e José Araújo;

À toda equipe do Programa de Silvicultura e Manejo (PTSM/IPEF) ao apoio nas análises de dados, gráficos e amizade durante todo o período, em especial ao Fabio Toledo e José Rocha;

Aos amigos do viveiro da Eng. Florestal Amarildo, Natanael e Sabino ao apoio e amizade;

À toda equipe de Seção de Apoio Acadêmico do CENA a paciência e compreensão, em especial, no início do mestrado ao Fábio e Daiane, e no final ao Gilson, Alzira e Cleide;

À toda equipe da Biblioteca do CENA a colaboração na revisão das normas da tese, paciência e apoio, especialmente à Marília R.G Henyei, Adriana B. Moretti e Renata L. Fini;

Ao Grupo Florestal Monte Olimpo (GFMO) as oportunidades, aprendizagem e inesquecíveis amizades;

A todos os colegas da pós-graduação do CENA e ESALQ a ajuda no decorrer de todo o trabalho, ideias compartilhadas e amizade, em especial ao Izaias, Michel, Valdevan, Jonhatan, Dayson, Alberto, Daniel, Júlia, Lucas e Elísio, pela amizade e inúmeras prosas compartilhadas;

Aos queridos amigos da república André, Frederico, Jofre, Luciano Zambonin e Roger ao apoio nas atividades de campo, laboratórios, inúmeras prosas e amizade;

A todos os meus queridos amigos do “Bairro Maria Antônia” aos momentos inesquecíveis e alegres, em especial a turma do “Zé e os Caras”;

A todos os meus familiares ao apoio contínuo, compreensão, paciência e apoio em tudo;

Enfim, na certeza que ninguém segue em frente sozinho, agradeço a todos que de alguma forma colaboraram a minha caminhada e desenvolvimento deste trabalho.

MUITO OBRIGADO!!!

O senhor... mire, veja: o mais importante e bonito, do mundo, é isto: que as pessoas não estão sempre iguais, ainda não foram terminadas - mas que elas vão sempre mudando. Afinam ou desafinam, verdade maior. É o que a vida me ensinou. Isso que me alegra montão.

(Guimarães Rosa, 1956, Grande Sertão Veredas).

RESUMO

FLORENTINO, A. L. **Fertilidade do solo, nutrição mineral, produtividade e metais pesados em plantações de eucalipto com efeito residual de lodo de esgoto**. 2016. 141 p. Dissertação (Mestrado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2016.

Os novos paradigmas no setor agrícola almejam a busca por alternativas de maior equilíbrio à entrada e saída de energia do ecossistema. Há muita discussão quanto a reciclagem de lodo de esgoto (LE) pela aplicação no solo, seja pelos aspectos positivos, como fonte de nutrientes às plantas, em especial o fósforo, e condicionador de solo, ou pelos aspectos negativos, com a presença de metais pesados, compostos orgânicos tóxicos e patógenos. Nesta pesquisa foram realizados dois estudos. No primeiro, em Itatinga-SP, objetivou-se avaliar o efeito residual de lodos de esgoto úmido (LU) e lodo seco (LS), aplicados por ocasião do plantio do eucalipto na 1ª rotação de cultivo, nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, sobre a fertilidade do solo (LVAd), a nutrição mineral, a produtividade e nos teores e acúmulos de metais pesados no solo e nos compartimentos aéreos de plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade, durante a 3ª rotação de cultivo, cerca de 12 anos do resíduo no solo. No segundo, em Itatinga e Angatuba-SP, objetivou-se avaliar a qualidade do solo quanto aos teores de metais pesados em áreas tratadas com diferentes tipos e doses de LE e cultivadas com plantas de eucalipto, entre 10 a 17 anos do resíduo no solo (LVAd, LVd e RQo). Os LEs foram oriundos de ETEs de Jundiaí-SP, Barueri-SP e São Paulo-SP. Em ambos os estudos, os tratamentos foram: fertilização mineral (FM), controle e doses e tipos de LE. Os delineamentos foram em bloco ao acaso, com 8 tratamentos e 3 repetições, no primeiro, e com 5 tratamentos e 4 repetições. Os resultados do primeiro estudo demonstram que houve efeito residual de LU e LS em relação ao manejo de FM, principalmente, em doses mais altas, no aumento da fertilidade do solo (sobretudo, MO, SB, CTC, P, Ca, S, Cu e Zn), nutrição mineral e estoque de nutrientes (em destaque, P, Ca, Cu e Zn), produção (volume de madeira, biomassa aérea e de folhedo depositado no solo) e os teores de metais pesados (As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn) não evidenciaram contaminação do solo e nem toxicidade ao eucalipto. No segundo, houve efeito residual de LE em relação ao manejo de FM nos atributos do solo e nos teores de metais pesados, principalmente, em doses mais altas. Ainda no segundo estudo, de modo geral, houve efeito residual dos LEs no aumento de MO, SB, H+Al, CTC e V% e os teores de As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn no solo, em geral, permaneceram abaixo dos valores de prevenção. Todavia, houve relação entre as doses de aplicação do lodo e os teores de metais pesados no solo, ou seja, quanto maior a dose, maiores foram os teores residuais dos metais pesados, sendo tal efeito, mais incrementado nos solos arenosos. Concluiu-se que há efeito residual de LE em relação ao manejo de fertilização mineral com aumento da fertilidade, nutrição, produtividade e os teores de metais pesados não evidenciaram contaminação do solo e nem toxidez no eucalipto.

Palavras-chave: Eucalipto. Lodo de esgoto. Fertilidade do solo. Nutrição mineral. Produção florestal. Metais pesados. Valores orientadores.

ABSTRACT

FLORENTINO, A. L. **Soil fertility, mineral nutrition, productivity and heavy metals in eucalyptus plantations with residual effect of sewage sludge**. 2016. 141 p. Dissertação (Mestrado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2016.

The new paradigms in the agricultural sector aim to search for alternatives with more balance to the input and output of energy in the ecosystem. There is a lot of discussion about the recycling of sewage sludge (SS), for the positive aspects, as a source of plant nutrients, especially phosphorus, and soil conditioner, as well as for the negative aspects, such as the presence of heavy metals, organic toxic compounds and pathogens. Two studies were carried out in this research. In the first, at Itatinga-SP, the objective was to evaluate the residual effect of humid sewage sludge (HS) and dry sludge (DS), both applied to a eucalyptus plantation in the first rotation with the doses of 10, 20, 30 t ha^{-1}, on the soil fertility (LVAd), mineral nutrition, productivity and amount and accumulation of heavy metals in both the soil and aboveground compartments of the eucalyptus, at 45 month age, during the 3rd rotation, with around 12 years of residues in the soil. In the second study, at Itatinga and Angatuba-SP, the objective was to evaluate the quality of the soil regarding to heavy metals contents in areas treated with different types and doses of SS and cultured with eucalyptus trees, with 10-17 years of residues in the soil (LVAd, LVd e RQo). The used SS came from the sewage treatment plant of Jundiaí-SP, Barueri-SP e São Paulo-SP, respectively. In both studies the treatments were; mineral fertilization (MF), control and doses and types of SS. The experimental design was in randomized blocks, with 8 treatments and 3 replicates, in the first, and with 5 treatments and 4 repetitions, in the second. The results from the first study showed that there was residual effect of both HS and DS in comparison with MF, especially in high doses, in the increase of soil fertility (mainly OM, SB, CTC, P, Ca, S, Cu and Zn), mineral nutrition and the stock of nutrients (mainly P, Ca, Cu e Zn), production (wood, aboveground biomass and litterfall) and heavy metal contents (As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se and Zn) did not showed soil pollution nor toxicity for eucalyptus. In the second study, there was residual effect of SS in comparison with MF when we observed soil properties and heavy metal contents, especially in high doses. Also in the second study, there was a residual effect of SS in the increase of OM, SB, H+Al, CEC and V% e the contents of As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se and Zn in the soil that, in general, were below the values of prevention. There was also relation between the doses of SS and the contents of soil heavy metals, i.e, the higher the dose, the higher the contents of residual heavy metals. This effect was higher in sandy soils. It was concluded that there was a residual effect of SS in comparison with MF with an increase in soil fertility, nutrition, productivity. Heavy metal contents did not showed soil pollution nor toxicity for eucalyptus.

Keywords: Eucalyptus. Sewage sludge. Soil Fertility. Mineral Nutrition. Forestry Production. Heavy metals. Guiding values.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO....15
Referências....18
2 NUTRIENTES E METAIS PESADOS NO SOLO E NA PLANTA E PRODUTIVIDADE EM PLANTAÇÃO DE EUCALIPTO DEVIDO AO EFEITO RESIDUAL DE LODO DE ESGOTO....23
Resumo....23
Abstract....24
2.1 Introdução....25
2.2 Material e métodos....27
2.2.1 Caracterização ambiental....27
2.2.2 Tratamentos e manejo silvicultural....32
2.2.3 Fertilidade do solo....35
2.2.4 Folha diagnóstica....37
2.2.5 Folhedo depositado....38
2.2.6 Avaliações dendrométricas e nutricionais nos compartimentos aéreos....39
2.2.7 Área foliar....40
2.2.8 Análise de dados....41
2.3 Resultados e discussão....41
2.3.1 Validação do método analítico em amostras certificadas....41
2.3.2 Fertilidade do solo....44
2.3.3 Estado nutricional....56
2.3.3.1 Folha diagnóstica....56
2.3.3.2 Compartimentos aéreos....61
2.3.3.3 Folhedo depositado....68
2.3.4 Produção....74
2.3.4.1 Volume de madeira....74
2.3.4.2 Biomassa dos compartimentos aéreos....77
2.3.4.3 Biomassa de folhedo depositado....80
2.3.5 Área foliar....82
2.3.6 Estoque de nutrientes e metais pesados....84
2.3.6.1 Compartimentos aéreos....84
2.3.6.2 Folhedo depositado....92
2.4 Conclusões....98
Referências....99
3 METAIS PESADOS EM SOLOS, COM EFEITO RESIDUAL DE LODO DE ESGOTO, CULTIVADOS COM PLANTAÇÕES DE EUCALIPTO....109
Resumo....109
Abstract....110
3.1 Introdução....111
3.2 Material e métodos....113
3.2.1 Descrição das áreas experimentais....113
3.2.2 Caracterização dos lodos de esgoto....116
3.2.3 Tratamentos e desenvolvimento experimental....118
3.2.4 Amostragem e análise química do solo....123
3.2.5 Análise de dados....125
3.3 Resultados e discussão....125
3.3.1 Atributos químicos do solo....125
3.3.2 Teores de metais pesados....130
3.4 Conclusões....137
Referências....137

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, tem-se observado aumento do número de estações de tratamentos de esgotos (ETEs), as quais realizam o tratamento da água servida e devolvem aos rios água de melhor qualidade, com menor carga orgânica. No entanto, no processo de tratamento do esgoto é gerado o resíduo denominado de lodo de esgoto (LE). Este resíduo contém em sua composição quantidades variável de água, nutrientes, matéria orgânica, organismos patogênicos, elementos inorgânicos e orgânicos potencialmente tóxicos à planta, ao animal e ao homem (MELO; MARQUES, 2000; ABREU JUNIOR et al., 2005).

No Brasil, a resolução N° 375/2006, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA (CONAMA, 2006), define lodo de esgoto como resíduo gerado nos processos de tratamento de esgoto sanitário. O Art. 11 desta resolução estabelece os requisitos mínimos de qualidade do LE destinado ao uso agrícola e distingue dois tipos de lodo de esgoto: classe A e classe B, com diferenciação baseada na concentração de organismos patogênicos.

Desde a segunda metade do século XX, o uso de fertilizantes minerais na agricultura tem aumentado continuamente para garantir a oferta de produtos ao consumo humano, como de produtos madeireiros. No Brasil, a área plantada com espécies florestais atingiu 7,8 milhões de hectares em 2015, sendo representada por 72 % com espécies de eucalipto, 21 % de pinus e cerca de 7 % ocupada por outras espécies, como de teca, seringueira e paricá (INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES - IBA, 2016). Neste cenário, existe potencial de reciclagem de LE como fertilizante orgânico em plantações florestais. Em nível mundial, o aproveitamento do LE em área agrícola é uma alternativa consolidada, porém, no país está limitada a poucos estados, devido, entre outros fatores, à dificuldade de atendimento aos critérios e procedimentos definidos pela resolução N° 375/2006 do CONAMA, sendo o Paraná um dos estados onde o lodo de esgoto tem a agricultura como destinação final prioritária (BITTENCOURT, 2014).

Contudo, está reciclagem ou manejo do LE deve estar fundamentada na sustentabilidade, que em plantações florestais tem como premissas básicas a manutenção e aumento da produção, perpetuidade do equilíbrio dinâmico entre à entrada e saída de energia e nutrientes, e conservação da capacidade de regeneração do ecossistema (POGGIANI et al., 1998). Nesse sentido, pesquisas têm evidenciado benefícios da aplicação de lodo de esgoto em povoamentos florestais, principalmente, para aumento da fertilidade do solo, nutrição mineral e produtividade florestal (VAZ; GONÇALVES, 2002; SILVA et al., 2008; FIRME, 2009; MALDONADO, 2009; PIRES, 2015).

Para fins de classificação, do ponto de vista da nutrição mineral de plantas e fertilidade do solo, os macronutrientes (N, P, K, Ca, Mg e S) e micronutrientes (B, Cl, Cu, Fe, Mo, Mn, Ni e Zn) são elementos essenciais às plantas, uma vez que fazem parte de estruturas ou compostos metabólicos (EPSTEIN; BLOOM, 2006). Outros elementos são considerados benéficos, como Co, Se e Al, pois estimulam o crescimento vegetal, em alguns grupos de plantas, sob condições especificas (MARSCHNER, 2012). Ainda, existe a classificação para os elementos tóxicos, tais como As, Cd e Pb, que não tem função biológica bem definida e são considerados tóxicos, mesmo em baixas concentrações (MCGRATH; ZHAO, 2015).

No entanto, na literatura científica, os termos metais pesados, elementos traço, elementos inorgânicos potencialmente tóxicos, substâncias inorgânicas, metais pesados potencialmente tóxicos são usados comumente como sinônimos de elementos tóxicos. Todavia, na prática, metais pesados e elementos traço são os mais utilizados. O termo metais pesados é baseado em vários critérios, tais como peso atômico, número atômico, densidade, propriedades químicas, abundância, etc., embora, nunca tenha sido definido por qualquer órgão competente, assim, a utilização inconsistente reflete também incoerência na literatura cientifica (KABATA- PENDIAS, 2011). Nesta dissertação, optou-se em utilizar o termo "metais pesados" ou o próprio nome do elemento químico.

O uso de LE, com critérios agronômicos, por exemplo, com base no critério do nitrogênio (CONAMA, 2006), confere fertilidade ao solo, com aumento de teores de macro e micronutrientes, como N, P, Cu e Zn, enquanto que os teores de metais pesados intrinsecamente tóxicos, tais como Pb e Cd, não causaram contaminação do solo ou toxidez em plantas (BOURIOUG et al., 2014; YADA, 2014; SAMPAIO et al., 2016). Ademais, em plantio florestal, a aplicação de LE propiciou incremento no volume de madeira de eucalipto, com isso, servindo como fonte de nutrientes e permitindo substituição da adubação mineral, principalmente, de nitrogênio, fósforo e zinco (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004; SILVA et al., 2008; FERRAZ, 2013).

Apesar das vantagens advindas da aplicação de LE em plantios florestais (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004; GUEDES et al., 2006; SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011), existe a preocupação de risco potencial de contaminação do solo, toxidez em planta e animais quanto à presença de metais pesados (FERRAZ; POGGIANI, 2014; YADA, 2014; SAMPAIO et al., 2016). A resolução N° 375/2006, do CONAMA, define os teores permitidos no LE e carga acumulada teórica nos solos agrícolas para onze metais pesados (As, Ba, Cd, Pb, Cu, Cr, Hg, Mo, Ni, Se e Zn), em função da aplicação de lodo de esgoto no solo.

A aplicação de dose alta e/ou sucessiva de LE no solo pode influenciar na alteração da qualidade do solo, com aumento dos teores de metais pesados, que poderão ser transferidos com mais facilidade para a cadeia alimentar. No ano de 2014, pela Decisão de Diretoria Nº 045/2014/E/C/I, a Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB) definiu os valores orientadores de qualidade do solo para o Estado de São Paulo: valores de referência de qualidade (VRQ), valores de prevenção (VP) e valores de intervenção (VI), para uso agrícola com base nos teores semitotais de metais pesados no solo (CETESB, 2014). A concentração de metais pesados no lodo de esgoto, geralmente, é mais influenciada pelas características de origem do LE, perfil industrial da região, tipo de processo utilizado no tratamento e fatores de sazonalidade (ABREU JUNIOR et al., 2005).

A solubilidade dos metais pesados depende da forma que se encontram no solo, porque a medida que o pH aumenta, a solubilidade de cádmio, cobre, níquel, chumbo e zinco diminuem, enquanto que arsênio, molibdênio e selênio tornam-se mais solúveis (BERTON, 2000). De fato, Joris et al. (2012) constataram que a aplicação de calcário foi o fator que mais influenciou na adsorção de Cd, Ni, Cu e Zn, principalmente, na camada mais superficial de 0-5 e 5-10 cm de profundidade. Outros atributos também influenciam na mobilidade e competividade dos metais pesados no solo, por exemplo, teor te matéria orgânica, potencial redox, fração argila, aeração e atividade dos microrganismos (PINTO; AGUIAR; FERREIRA, 2014).

Mesmo assim, pesquisas têm revelado que o lodo de esgoto tem potencial para ser usado na agricultura, como culturas agrícolas, tal como, de milho e de cana-de-açúcar (NOGUEIRA et al., 2013; ATHAMENH et al., 2015; YADA et al., 2015); espécies florestais, como de eucalipto e pinus (BOURIOUG et al., 2014; MARRON, 2015; XUE et al., 2015; NIROLA et al., 2016) e espécies vegetais com capacidade de restaurar áreas em estágio avançada de degradação ambiental (DE PAIVA et al., 2009; SAMPAIO et al., 2016), devido os benefícios para a fertilidade do solo, nutrição mineral e produtividade (VEGA et al., 2004).

Ademais, países como Japão e Estados Unidos (EUA) já utilizavam o LE em sistemas agronômicos, pois o LE favorece a reciclagem de nutrientes e melhora o condicionamento de características físicas e químicas do solo (IAKIMENKO et al., 1996; DASSANAYAKE et al., 2015). No Brasil, outros estudos com aplicação de LE em plantios agrícolas evidenciaram seu potencial para uso na agricultura (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004; GUEDES et al., 2006; FRANCO et al., 2010; FERRAZ; POGGIANI, 2014; MORETTI et al., 2016).

De modo complementar, a recomendação para uso agrícola do lodo de esgoto, como em áreas florestais, em condições de clima tropical, ainda é motivo de discussão, por exemplo,

"efeito bomba relógio" pelo aumento de teores de metais pesados no solo (MCBRIDE, 1995; OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001a; PEGORINI, 2002). Portanto, há necessidade de mais pesquisas que evidenciem o efeito residual da aplicação de LE na fertilidade do solo, nutrição mineral e produtividade vegetal, principalmente de longo prazo e após sucessivos ciclos de cultivo, assim como, quanto aos teores e acúmulos de metais pesados no solo e na planta.

Diante deste contexto, a presente pesquisa apresenta as hipóteses: (i) em relação ao manejo de fertilização mineral há efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em plantação de eucalipto no aumento da fertilidade do solo, nutrição, produtividade e (ii) em relação ao manejo de fertilização mineral, o efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em plantações de eucalipto não causa contaminação do solo quanto aos metais pesados oriundos do lodo de esgoto. Para testar estas hipóteses, realizaram-se dois estudos objetivando-se:

a) avaliar o efeito residual de lodos de esgoto úmido e lodo seco, aplicados por ocasião do plantio do eucalipto na 1ª rotação de cultivo, nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, sobre a fertilidade do solo, a nutrição mineral, a produtividade e nos teores e acúmulos de metais pesados no solo e nos compartimentos aéreos de plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade, durante a 3ª rotação de cultivo, cerca de 12 anos do resíduo no solo;

b) Avaliar a qualidade do solo quanto aos teores de metais pesados em áreas tratadas com diferentes tipos e doses de lodo de esgoto e cultivadas com plantas de eucalipto, entre 10 a 17 anos do resíduo no solo.

Referências

ABREU JUNIOR, C. H.; BOARETTO, A. E.; MURAOKA, T.; KIEHL, J. C. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. **Tópicos em Ciência do Solo**, Viçosa, v. 4, n. 1, p. 391–470, 2005.

ATHAMENH, B.; SALEM, N.; ET-ZURAIQI, S.; SULEIMAN, W.; RUSAN, M. Combined land application of treated wastewater and biosolids enhances crop production and soil fertility. **Desalination and Water Treatment**, Hopkinton, v. 53, n. 12, p. 3283–3294, 2015.

BERTON, R. S. Riscos de contaminação do agrossistema com metais pesados. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000. 312 p.

BITTENCOURT, S. **Gestão do processo de uso agrícola de lodo de esgoto no estado do Paraná**: aplicabilidade da Resolução Conama 375/06. 2014. 220 p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

BOURIOUG, M.; ALAOUI-SOSSÉ, L.; LAFFRAY, X.; RAOUF, N.; BENBRAHIM, M.; BADOT, P.-M.; ALAOUI-SOSSÉ, B. Evaluation of sewage sludge effects on soil properties, plant growth, mineral nutrition state, and heavy metal distribution in European Larch Seedlings (*Larix decidua*). **Arabian Journal for Science and Engineering**, Heidelberg, v. 39, n. 7, p. 5325–5335, 2014.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO - CETESB. Decisão de Diretoria Nº 045/2014/E/C/I, de 20 de fevereiro de 2014. **Diário Oficial do Estado de São Paulo**, Poder Executivo, São Paulo, 2014. Seção 1, p. 53.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. Resolução Nº 375, de 29 de agosto de 2006. Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 30 ago. 2006. Seção 1, p. 141-146.

DASSANAYAKE, K. B.; JAYASINGHE, G. Y.; SURAPANENI, A.; HETHERINGTON, C. A review on alum sludge reuse with special reference to agricultural applications and future challenges. **Waste Management**, New York, v. 38, n. 1, p. 321–335, 2015.

DE PAIVA, A. V.; POGGIANI, F.; DE MORAES GONÇALVES, J. L.; DE VICENTE FERRAZ, A. Crescimento de mudas de espécies arbóreas nativas, adubadas com diferentes doses de lodo de esgoto seco e com fertilização mineral. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n. 84, p. 499–511, 2009.

EPSTEIN, E.; BLOOM, A. J. **Nutrição mineral de plantas**: princípios e perspectivas. 2. ed. Londrina: Editora Planta, 2006.

FERRAZ, A. de V.; POGGIANI, F. Biomassa, nutrientes e metais pesados em raízes de eucaliptos adubados com diferentes lodos de esgoto. **Cerne**, Lavras, v. 20, n. 2, p. 311–320, 2014.

FERRAZ, A. V. **Efeito residual do lodo de esgoto na produtividade e na ciclagem de nutrientes em plantios de *Eucalyptus grandis* e no cultivo de plantas alimentícias (simulando alterações do uso agrícola do solo)**. 2013. 159 f. Tese (Doutorado em Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

FIRME, L. P. **Produção de madeira e elementos potencialmente tóxicos no sistema solo-eucalipto tratado com lodo de esgoto**. 2009. 81 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

FRANCO, A.; ABREU JUNIOR, C. H.; PERECIN, D.; OLIVEIRA, F. C.; GRANJA, A. C. R.; BRAGA, V. S. Sewage sludge as nitrogen and phosphorus source for cane-plant and first ratoon crops. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 34, n. 2, p. 553–561, 2010.

GUEDES, M. C.; ANDRADE, C. A. de; POGGIANI, F.; MATTIAZZO, M. E. Propriedades químicas do solo e nutrição do eucalipto em função da aplicação de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 30, n. 2, p. 267–280, 2006.

IAKIMENKO, O.; OTABBONG, E.; SADOVNIKOVA, L.; PERSSON, J.; NILSSON, I.; ORLOV, D.; AMMOSOVA, Y. Dynamic transformation of sewage sludge and farmyard manure components. 1. Content of humic substances and mineralisation of organic carbon and nitrogen in incubated soils. **Agriculture, Ecosystems & Environment**, Amsterdam, v. 58, n. 2–3, p. 121–126, 1996.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES - IBA. **Relatório 2015**. São Paulo, 2016. Disponível em: <http://iba.org/images/shared/iba_2015.pdf>.

JORIS, H. H. A. W.; FONSECA, A. da; DA FONSECA, A. F.; ASAMI, V. Y.; BRIEDIS, C.; BORSZOWSKEI, P. R.; GARBUIO, F. J. Adsorção de metais pesados após calagem superficial em um Latossolo Vermelho sob sistema de plantio direto. **Revista Ciencia Agronomica**, Fortaleza, v. 43, n. 1, p. 1–10, 2012.

KABATA-PENDIAS, A. **Trace elements in soils and plants**. 4. ed. Boca Raton: CRC Press, 2011.

MALDONADO, C. A. B. **Fertilidade do solo, nutrição e crescimento de plantas de eucalipto ao longo de 46 meses após aplicação de LE**. 2009. 111 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

MARRON, N. Agronomic and environmental effects of land application of residues in short-rotation tree plantations: A literature review. **Biomass and Bioenergy**, Oxford, v. 81, p. 378–400, 2015.

MARSCHNER, P. **Marschner´s mineral nutrition of higher plants**. 3. ed. London: Academic Press, 2012.

McGRATH, S. P.; ZHAO, F. J. Concentrations of metals and metalloids in soils that have the potential to lead to exceedance of maximum limit concentrations of contaminants in food and feed. **Soil Use and Management**, Wallingford, v. 31, p. 34–45, 2015.

MELO, W. J.; MARQUES, M. O. Potencial do lodo de esgoto como fonte de nutrientes para as plantas. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. **Impacto do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000. cap. 5, p. 109-142.

MORETTI, S. M. L.; BERTONCINI, E. I.; VITTI, A. C.; ALLEONI, L. R. F.; ABREU-JUNIOR, C. H. Concentration of Cu, Zn, Cr, Ni, Cd, and Pb in soil, sugarcane leaf and juice: residual effect of sewage sludge and organic compost application. **Environmental Monitoring and Assessment**, Dordrecht, v. 188, n. 3, p. 163, 2016. doi: 10.1007/s10661-016-5170-1.

NIROLA, R.; MEGHARAJ, M.; VENKATESWARLU, K.; ARYAL, R.; CORRELL, R.; NAIDU, R. Assessment of metal toxicity and bioavailability in metallophyte leaf litters and metalliferous soils using Eisenia fetida in a microcosm study. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, Amsterdam, v. 129, p. 264–272, 2016.

NOGUEIRA, T. A. R.; FRANCO, A.; HE, Z.; BRAGA, V. S.; FIRME, L. P.; ABREU, C. H. Short-term usage of sewage sludge as organic fertilizer to sugarcane in a tropical soil bears little threat of heavy metal contamination. **Journal of Environmental Management**, London, v. 114, p. 168–77, 2013.

PEGORINI, E. S. **Avaliação de impactos ambientais do programa de reciclagem agrícola de lodo de esgoto na região metropolitana de Curitiba**. 2002. 217 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2002.

PINTO, E.; AGUIAR, A. A. R. M.; FERREIRA, I. M. P. L. V. O. Influence of soil chemistry and plant physiology in the phytoremediation of Cu, Mn, and Zn. **Critical Reviews in Plant Sciences**, Boca Raton, v. 33, n. 5, p. 351–373, 2014.

PIRES, I. C. G. **Lodo de esgoto em plantio de Eucalyptus grandis: produção de madeira e viabilidade econômica**. 2015. 88 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2015.

POGGIANI, F.; STAPE, J. L.; LEONARDO, J.; GONÇALVES, D. M. Indicadores de sustentabilidade das plantações florestais. **Série Técnica IPEF**, Piracicaba, v. 12, n. 31, p. 33–43, 1998.

ROCHA, G. N.; GONÇALVES, J. L. M.; MOURA, I. M. Mudanças da fertilidade do solo e crescimento de um povoamento de Eucalyptus grandis fertilizado com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, n. 4, p. 623–639, 2004.

SAMPAIO, T. F.; GUERRINI, I. A.; OTERO, X. L.; VAZQUEZ, F. M.; BOGIANI, J. C.; OLIVEIRA, F. C.; GAVA, J. L.; CIOL, M. A.; LITTKE, K. M.; HARRISON, R. B. The impact of biosolid application on soil and native plants in a degraded Brazilian Atlantic rainforest soil. **Water, Air, and Soil Pollution**, Dordrecht, v. 227, n. 1, 2016. DOI: 10.1007/s11270-015-2689-7.

SILVA, P. H. M. da; POGGIANI, F.; GONÇALVES, J. L. de M.; STAPE, J. L. Volume de madeira e concentração foliar de nutrientes em parcelas experimentais de Eucalyptus grandis fertilizadas com lodos de esgoto úmido e seco. **Revista Árvore**, Viçosa, v. 32, n. 5, p. 845–854, out. 2008.

SILVA, P. H. M. da; POGGIANI, F.; LACLAU, J. P. Applying Sewage Sludge to Eucalyptus grandis Plantations: Effects on Biomass Production and Nutrient Cycling through Litterfall. **Applied and Environmental Soil Science**, New York, v. 2011, p. 1–11, 2011.

VAZ, L.; GONÇALVES, J. Uso de biossólidos em povoamento de eucalipto: efeito em atributos químicos do solo, no crescimento e na absorção de nutrientes. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 2, p. 747–758, 2002.

VEGA, F. F. V. A.; BOVI, M. M. L. A.; BERTON, R. S.; JUNIOR, G. G.; CEMBRANELLI, M. de A. R. Aplicação de biossólido na implantação da cultura da pupunheira. **Horticultura Brasileira**, Brasília, DF, v. 22, n. 1, p. 131-135, 2004.

XUE, J.; KIMBERLEY, M. O.; ROSS, C.; GIELEN, G.; TREMBLAY, L. A.; CHAMPEAU, O.; HORSWELL, J.; WANG, H. Ecological impacts of long-term application of biosolids to a radiata pine plantation. **Science of The Total Environment**, Amsterdam, v. 530, p. 233–240, 2015.

YADA, M. **Metais pesados, atributos químicos e bioquímicos em latossolos e plantas de milho após aplicação de lodo de esgoto por dezesseis anos consecutivos**. 2014. 88 f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Jaboticabal, 2014.

YADA, M. M.; MELO, W. J. de; MINGOTTE, F. L. C.; MELO, V. P. de; MELO, G. M. P. de. Chemical and biochemical properties of oxisols after sewage sludge application for 16 years. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 5, p. 1303–1310, 2015.

2 NUTRIENTES E METAIS PESADOS NO SOLO E NA PLANTA E PRODUTIVIDADE EM PLANTAÇÃO DE EUCALIPTO DEVIDO AO EFEITO RESIDUAL DE LODO DE ESGOTO

Resumo

O lodo de esgoto (LE) é um resíduo, da estação de tratamento de esgoto, rico em matéria orgânica (MO) e nutrientes. Todavia, metais pesados estão presentes neste resíduo causando preocupação quanto à sua reciclagem em áreas agrícolas. Estudos têm demonstrado potencial de uso do LE em plantação florestal, porém, deve ser realizado mais pesquisas, especialmente, quanto ao efeito residual do LE de longo prazo no sistema solo-planta. Neste estudo, objetivou-se avaliar o efeito residual de lodos de esgoto úmido (LU) e lodo seco (LS), aplicados por ocasião do plantio do eucalipto na 1ª rotação de cultivo, nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, sobre a fertilidade do solo, a nutrição mineral, a produtividade e nos teores e acúmulos de metais pesados no solo e nos compartimentos aéreos de plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade, durante a 3ª rotação de cultivo, cerca de 12 anos do resíduo no solo. A área do estudo foi a Estação Experimental de Ciências Florestais da ESALQ/USP, em Itatinga-SP, em solo de textura média. Nesta área, em abril/2003 foi realizado o plantio das árvores da 1ª rotação de cultivo e cinco anos depois à colheita da madeira. Em abril/2008 iniciou-se a 2ª rotação, em sistema de talhadia, com corte executado em agosto/2011. Em setembro/2011 foi iniciado a 3ª rotação, com mudas clonais de eucalipto. Os tratamentos foram: 10LU, 20LU, 30LU, 10LS, 20LS e 30LS = dose de 10, 20 e 30 t ha^{-1} LU e LS (base seca), respectivamente, com adubação complementar de K e B; FM = fertilização mineral de NPK, B, Zn e sem LE; controle = sem LU, LS e FM. O delineamento foi em blocos ao acaso, com 8 tratamentos e 3 repetições. Os resultados evidenciaram, em relação ao manejo de FM, que houve efeito residual positivo do LE à fertilidade do solo, principalmente, nas camadas superficiais e com aumento da dose aplicada no solo, no incremento de MO, SB, CTC, P, Ca, S, Cu e Zn. O efeito residual de LE aumentou os teores de metais pesados no solo e na planta. Em geral, no solo e na planta, os tratamentos com LU obtiveram maiores teores de metais pesados em relação aos teores dos tratamentos com LS. Os teores de As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn no solo foram em geral inferiores aos valores de prevenção e na planta estiveram abaixo dos limites de toxidez. Nos compartimentos aéreos, os maiores estoques de nutrientes foram constatados na folha e casca, e de metais pesados no lenho. O LE aumentou as concentrações e estoques de nutrientes nos compartimentos da planta, principalmente de P, Ca, Cu e Zn. O efeito residual de LE aumentou o volume de madeira, produção de biomassa aérea e de folhedo. Concluiu-se que em relação ao manejo de fertilização mineral há efeito residual de LU e LS, aplicado nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, com aumento da fertilidade do solo, nutrição mineral, produtividade e os teores de metais pesados não evidenciaram contaminação do solo e nem toxidez no eucalipto.

Palavras-chave: Lodo de esgoto. Fertilidade do solo. Nutrição mineral. Produção florestal. Metais pesados.

NUTRIENTS AND HEAVY METALS IN SOIL AND PLANT AND PRODUCTIVITY IN EUCALYPTUS PLANTATION DUE TO THE RESIDUAL EFFECT OF SEWAGE SLUDGE

Abstract

Sewage sludge (SS) is a residue from the sludge treatment plant, which is rich in organic matter (OM) and nutrients. Heavy metals are also present in this residue, which cause concern about its recycling in agricultural areas. Some studies have demonstrated the potential use of SS in forestry plantation. However, more studies should be done, especially about the residual effect of SS in the long-term in the soil-plant system. In the present study, the objective was to evaluate the residual effect of humid sewage sludge (HS) and dry sludge (DS) applied to a eucalyptus plantation in the first rotation in the doses of 10, 20 and 30 t ha^{-1}, on soil fertility, mineral nutrition, productivity and contents and accumulation of heavy metals in the soil and in the aboveground compartments of the eucalyptus, at 45 months of age, during the 3rd rotation, with around 12 years of residues in the soil. The experimental area was at the Experimental Station of Forest Science of the ESALQ/USP, at Itatinga-SP, in loamy soils. In that area, on April-2003, it was stablished the first rotation of the eucalyptus plantation, which was harvested five years later. On April-2008, the 2nd rotation was established with a coppice management, which was harvested on August-2011. The 3rd rotation started on Setember-2011 with clonal seedlings of eucalyptus. The treatments were 10 HS, 20 HS, 30 HS, 10 DS, 20 DS e 30 DS = dose of 10, 20 e 30 t ha^{-1} HS and DS (dry weight), respectively, with supplementary fertilization of K and B; MF = mineral fertilization of NPK, B and Zn and without SS; control = without HS, DS and MF. The experimental design was in randomized blocks, with 8 treatments and 3 replicates. The results showed that, in comparison with the use of MF, there was a positive residual effect of SS in soil fertility, especially in the surface layers and with the increase of the dose applied to the soil, in the increase of OM, SB, CEC, P, Ca, S, Cu e Zn. The residual effect of SS increased the content of heavy metals in soil and plant. In general, in soil and plant, the treatments with HS had higher content of heavy metals than the treatments with DS. The contents of As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se and Zn in the soil that in general were lower than the prevention values and, in plant, they were lower than the toxicity limits. In the aboveground compartments of the trees, the higher stocks of nutrients were detected in leaves and bark. The higher contents of heavy metals were observed in the bark. The SS increased the concentration and stock of nutrients in all the aboveground compartments, especially of P, Ca, Cu and Zn. The residual effect of SS increased the volume of wood, production of aboveground biomass and production of litterfall. It was concluded that, in comparison with the use of mineral fertilization, there is a residual effect of HS and DS, applied in the doses of 10, 20 e 30 t ha^{-1}, with an increase in the soil fertility, mineral nutrition, productivity and the contents of heavy metals did not showed soil pollution nor toxicity for eucalyptus.

Keywords: Sewage sludge. Soil fertility. Mineral Nutrition. Forestry Production. Heavy metals.

2.1 Introdução

Alternativas mais sustentáveis devem ser desenvolvidas para a destinação final do lodo de esgoto (LE), considerando-se o seu conteúdo em matéria orgânica e nutrientes, principalmente nitrogênio e fósforo. Há anos, a geração desse resíduo vem aumentando e o seu despejo final tem sido frequentemente em aterro sanitário. Uma das opções mais promissoras é a utilização de LE em áreas florestais, que aproveita o potencial do lodo como fertilizante e condicionador de solos para melhorar o desenvolvimento das árvores (GUEDES; POGGIANI, 2003). Neste contexto, vários estudos têm evidenciado que a aplicação de LE no solo contribui para aumentar os teores de matéria orgânica e de nutrientes no sistema agrícola e florestal (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004; ABREU JÚNIOR et al., 2005; GUEDES et al., 2006; NOGUEIRA et al., 2010b; SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011; YADA et al., 2015).

No Brasil, a Resolução nº 375/2006, do Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA (CONAMA, 2006), define os critérios e procedimentos para o uso agrícola do LE. Também, a Lei N° 12.305/2010 (BRASIL, 2010) instituiu a Política Nacional de Resíduos Sólidos – PNRS e estabelece que "na gestão e gerenciamento de resíduos, deve ser observada a seguinte ordem de prioridade: não geração > redução > reutilização > reciclagem > tratamento > disposição final, de maneira ambientalmente adequada dos rejeitos". Sendo assim, justifica-se a importância da reciclagem de lodo de esgoto e seu uso em plantações florestais, sobretudo, de acordo com as leis ambientais vigentes.

O uso de LE em área florestal proporciona benefícios nas propriedades químicas do solo, por exemplo, diminuiu a acidez e aumentou a disponibilidade dos nutrientes e incrementou as concentrações foliares de Ca, N, P, S, porém, diminuiu os teores de Mn e Mg na planta (GUEDES et al., 2006). Todavia, em geral, quando comparado aos fertilizantes minerais o LE apresenta teores mais elevados de metais pesados, principalmente, o LE oriundo de áreas urbanas com muitas indústrias, e sua reciclagem na agricultura tem ocasionado aumento de teores de metais pesados no solo, em especial Cd, Cr, Ni, Pb e Zn (KREBS et al., 1998). Em decisão de diretoria Nº 045/2014/E/C/I foram estabelecidos os valores orientadores de qualidade do solo para os teores de metais pesados no solo do Estado de São Paulo (CETESB, 2014);

Contudo, são escassos no Brasil estudos sobre avaliação da qualidade do solo, sobretudo por indicadores de metais pesados e patógenos no sistema solo-planta. Concomitantemente, não existem informações seguras no país quanto aos limites permissíveis de metais pesados no LE e no solo para o uso na silvicultura, que contemple a Resolução N° 375/2006 CONAMA

(CONAMA, 2006) e N° 420/2009 (CONAMA, 2009) e, no caso especifico do Estado de São Paulo, a decisão de diretoria Nº 045/2014/E/C/I (CETESB, 2014).

Na Rússia e na União Europeia, de 4 a 6% do LE doméstico é destinado para uso na agricultura, enquanto que nos Estados Unidos próximo de 40% do lodo é destinado para uso agrícola (VODYANITSKII, 2013). Dados atuais, do Sistema Nacional de Informação sobre Saneamento (SNIS), mostram que o índice médio de tratamento de esgoto no Brasil foi de 71 %, em 2014 (BRASIL, 2016). No entanto, não existe uma estimativa confiável sobre o uso agronômico e florestal de lodo de esgoto no país, que pode ser reflexo de um programa de saneamento público deficitário (SILVA et al., 2006).

O entendimento dos efeitos positivos, como à fertilidade do solo e nutrição mineral, e negativos, como risco de contaminação por metais pesados, da aplicação de LE no solo e sistema solo-planta é imprescindível para o desenvolvimento de avanços científicos, principalmente, quanto a recomendação para uso florestal, especialmente, quanto a dose, forma e época de aplicação, ciclagem de nutrientes e/ou metais pesados.

A ciclagem de nutriente envolve dois principais ciclos em ecossistemas florestais: o ciclo geoquímico, que refere-se às entradas e saídas de nutrientes, por meio de processos como a precipitação atmosférica, uso de fertilizantes, erosão, lixiviação e volatilização, e o ciclo biológico, que pode ser subdividido em ciclo bioquímico, que inclui a redistribuição dos nutrientes entre os tecidos da própria planta e o ciclo biogeoquímico, que abrange a ciclagem de nutrientes no sistema solo-planta, acima de tudo, através da deposição de material vegetal no solo, sua mineralização e reabsorção pelas plantas (GONÇALVES et al., 2005).

Em estudo com manejo de florestas plantadas de eucalipto evidenciou-se que a aplicação de LE no solo, com base no critério de nitrogênio, forneceu 100% de N e 67% de P requerido pela cultura (MALDONADO, 2009). O LE usado em plantação florestal em comparação com a adubação mineral permite a reciclagem de nutrientes nos solos de baixa fertilidade e pode substituir ou complementar as adubações nitrogenadas e fosfatadas, bem como promover o suprimento de alguns micronutrientes (SILVA et al., 2008), além de aumentar a produtividade e o desenvolvimento das plantas de eucalipto (JUNIOR; FILHO; LOUSADA, 2012; ARRUDA; ALVES; BONINI, 2013) e preservar a fertilidade, a médio prazo, em solos agronômicos (MOSQUERA-LOSADA; FERREIRO-DOMINGUEZ; RIGUEIRO-RODRIGUEZ, 2010).

Embora o uso agrícola de LE apresente benefícios ao uso florestal, resultados de pesquisa tem mostrado possibilidade de contaminação do solo, sistemas aquáticos e a atmosfera, tal como, através de metais pesados, que em teores elevados aumentam os riscos de

degradação ambiental e problemas ao metabolismo vegetal ou animal (GOMES et al., 2006; NOGUEIRA et al., 2008).

De modo geral, os principais metais pesados encontrados no LE são o Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Fe, Co, Mn, Mo, Hg, Sn e Zn que expressam potencial de acumular-se no solo por um tempo indefinido (BERTON, 2000). No entanto, quando o LE é devidamente condicionado e aplicado de acordo com o recomendado pelo critério do nitrogênio, conforme Resolução N° 375/2006 do CONAMA (CONAMA, 2006), os teores de elementos no solo e na planta podem ser alterados, mas permanecem dentro de faixa de teores normais (NOGUEIRA et al., 2010b), desse modo, pode-se justificar a importância do seu uso em áreas florestais. Sendo assim, estudos relativos aos efeitos residuais de LE, tendo como base a avaliação dos nutrientes e metais pesados no solo e planta e produtividade florestal, são de suma importância para a regularização do uso de LE em plantações florestais.

Concordante com esta contextualização, neste estudo, elaborou-se a seguinte hipótese: "em relação ao manejo de fertilização mineral há efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em plantação de eucalipto no aumento da fertilidade do solo, nutrição, produtividade e não causa contaminação do solo quanto aos teores de metais pesados". Para tal, objetivou-se avaliar o efeito residual de lodos de esgoto úmido e lodo seco, aplicados por ocasião do plantio do eucalipto na 1ª rotação de cultivo, nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, sobre a fertilidade do solo, a nutrição mineral, a produtividade e nos teores e acúmulos de metais pesados no solo e nos compartimentos aéreos de plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade, durante a 3ª rotação de cultivo, cerca de 12 anos do resíduo no solo.

2.2 Material e métodos

2.2.1 Caracterização ambiental

O estudo foi realizado na área experimental AE-37 da Estação Experimental de Ciências Florestais de Itatinga (EECFI), vinculada ao Departamento de Ciências Florestais da ESALQ/USP, no munícipio de Itatinga-SP, a 23°03'S e 48°37'W, com altitude média de 714 metros. O uso de ocupação do solo, até década de 1940, era basicamente constituído pela vegetação natural do Bioma Cerrado e pastagem para criação de gado leiteiro e corte. A partir de 1940, iniciou-se o cultivo com espécies de eucalipto, principalmente de *Eucalyptus saligna*, com finalidade de uso energético para lenha e produção de dormentes, pela extinta Companhia Ferrovia Paulista S/A (FEPASA).

A área apresenta relevo suavemente ondulado, em solo do tipo LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico (LVAd), de textura média. Antes da instalação do experimento foi realizado coleta de terra na camada de 0-5, 5-10 e 10-20 cm de profundidade. Essas amostras foram submetidas análises químicas para determinação do pH em $CaCl_2$; matéria orgânica (MO); P-resina; K^+; Ca^{+2}; Mg^{+2}; acidez total (H+Al); soma de base (SB); capacidade de troca catiônica (CTC); Al^{+3}; saturação por base (V%); saturação por alumínio (m); $S\text{-}SO_4^{-2}$; B; Cu; Fe; Mn e Zn. As análises químicas desses atributos do solo foram determinadas pelo método proposto para o Estado de São Paulo, conforme Raij et al. (2001).

Os resultados dessa caracterização química do solo, LVAd, antes da instalação do experimento, mostraram em geral pH com acidez muito alta, P-resina com teor médio, K^+ trocável com teor muito baixo, Ca^{+2} trocável com teor baixo, Mg^{+2} trocável com teor baixo, $S\text{-}SO_4^{-2}$ com teor alto, saturação por base (V%) muito baixa, B e Cu com teor médio, Mn e Zn com teor baixo, e Fe com teor muito alto (Tabela 2.1).

Tabela 2.1 - Caracterização química do solo (LVAd)[1], da área experimental AE-37, nas diferentes profundidades (PROF), antes do plantio das mudas de *Eucalyptus grandis*

PROF	**pH $CaCl_2$**	**MO**	**P_{resina}**	**K^+**	**Ca^{+2}**	**Mg^{+2}**	**H+Al**	**SB**	**CTC**
---- cm ----	0,01 mol L^{-1}	------- g dm^{-3} --------		---------- $mmol_c$ dm^{-3} ----------					
0-5	4,0	26	9	0,7	5	4	71	9,7	82
5-10	4,0	17	6	0,6	3	2	57	5,6	63
10-20	4,0	13	7	0,6	2	2	44	4,6	51
	Al^{+3}	**V**	**m**	**$S\text{-}SO_4^{-2}$**	**B**	**Cu**	**Fe**	**Mn**	**Zn**
	--- $mmol_c$ dm^{-3} ----	---------- % ----------		---------- mg dm^{-3} ----------					
0-5	27	12	75	24	0,25	0,5	104	2,5	0,8
5-10	24	8	84	30	0,21	0,6	76	1,1	0,4
10-20	20	9	82	34	0,19	0,7	55	0,6	0,3

Nota: Análise química do solo realizada pelo método de Raij et al. (2001). (1) LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média. MO = matéria orgânica; SB = soma de base; H+Al = acidez total; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação por base; m = saturação por alumínio. Fonte: Adaptada de Silva (2006).

Pela classificação climática de Koppen, o município de Itatinga-SP apresenta clima Cfa, do tipo temperado úmido com verão quente. A média histórica para a precipitação anual é cerca de 1300 mm, temperatura média anual próximo de 20°C, com período chuvoso de outubro a março e período seco de abril a setembro (Figura 2.1). Durante dois anos (out/13 a set/15) foi realizado o monitoramento da coleta de folhedo, ou folhas caducas, depositado no solo. As coletas de folhedo foram realizadas mensalmente por um período de 24 meses. Nesse estudo, optou-se em agrupar tais amostras por períodos de 6 meses, ou

semestres, que corresponderam aos Período Chuvoso I (out/13 a mar/14), Período Seco I (abr/14 a set/14), Período Chuvoso II (out/14 a mar/15) e Período Seco II (abr/15 a set/15).

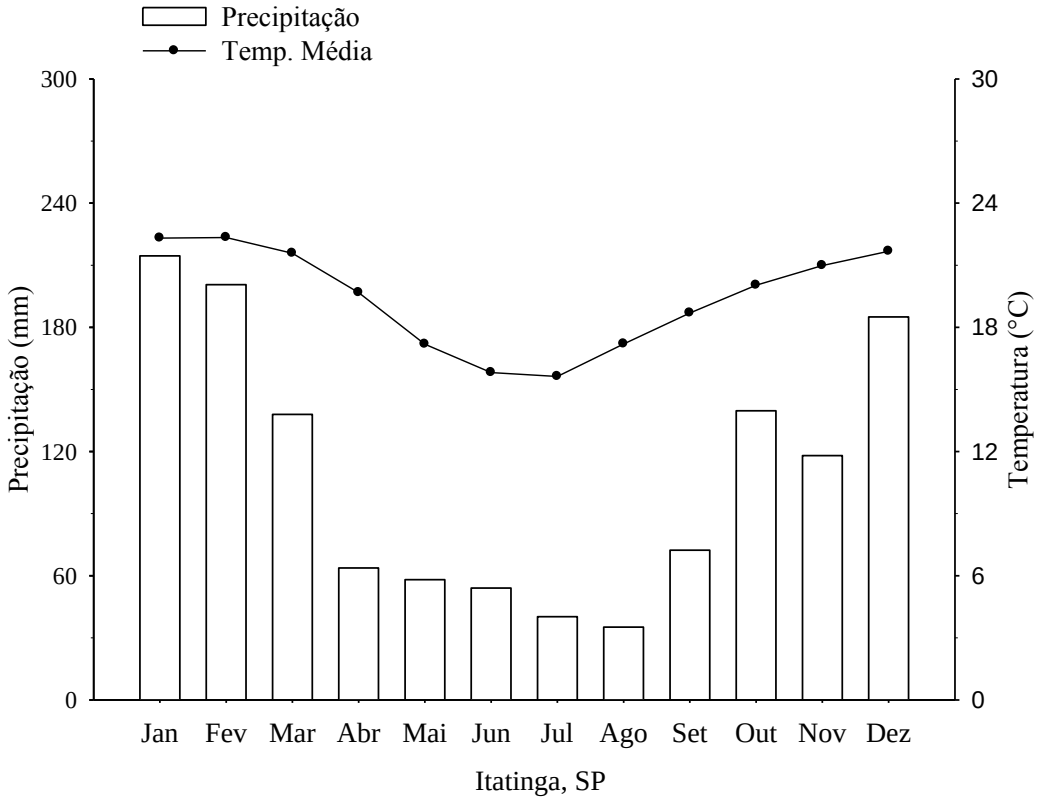

Figura 2.1 - Distribuição normal da precipitação (mm) e temperatura média (°C) do município de Itatinga, SP (23º03'S; 48º37'W), de acordo com a série histórica de 1950 a 1990 (ALVARES et al., 2013)

Em cada período, pelo método proposto por Thornthwaite e Mather (1955), foi elaborado o balanço hídrico sequencial simplificado e completo, aos quais foram avaliados a cada dez dias ou decêndio. Para os cálculos destes parâmetros, considerou-se valor de 280 mm para a Capacidade de Água Disponível (CAD) no solo, do qual foi obtido pela multiplicação entre o valor da CAD média para solo de textura média, que foi considerado de 1,4 mm cm^{-1}, e a profundidade específica do sistema radicular (Zr) das plantas de eucalipto, que foi considerado de 200 cm (ROLIM; SENTELHAS; BARBIERI, 1998). Ademais, foram calculadas a precipitação volumétrica acumulada e temperatura, que estão representadas nas Figuras 2.2, 2.3 e 2.4, respectivamente. De modo complementar, deve ser ressaltado que estas informações foram apresentadas neste item como referencial para auxiliar na interpretação dos

dados relativos, principalmente, ao estado nutricional (Item 2.3.3) e estoque de nutrientes e metais pesados (Item 2.3.6), aos quais serão apresentados mais adiante.

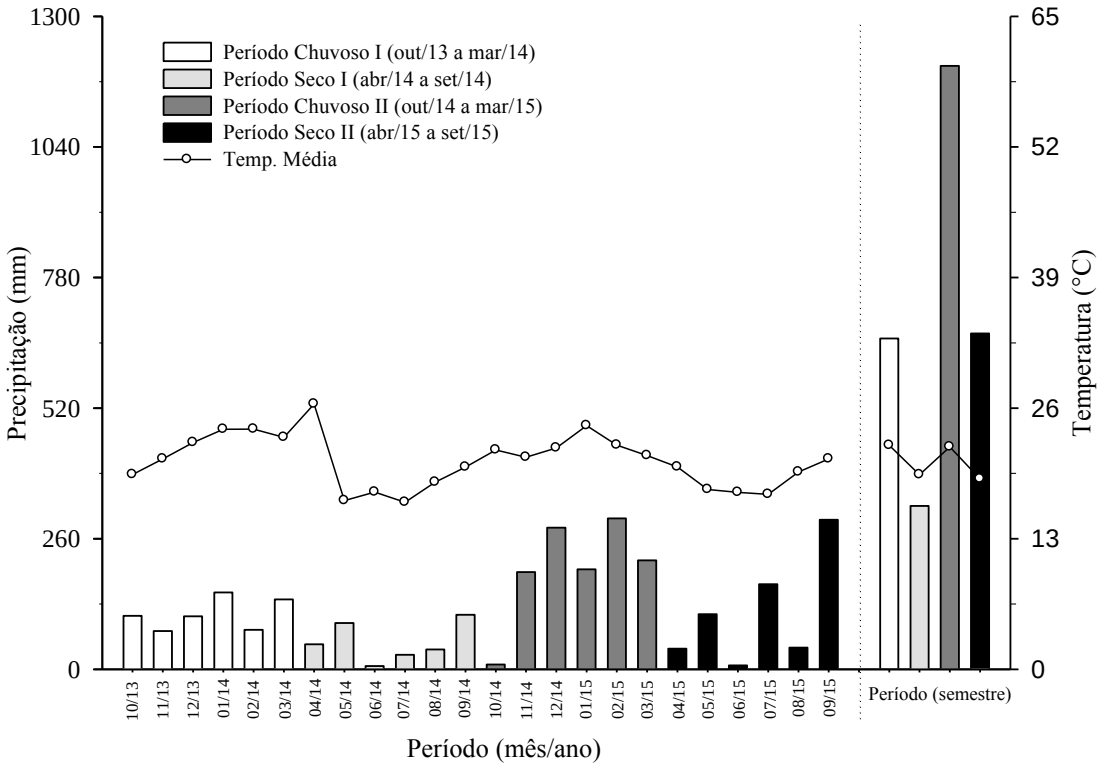

Figura 2.2 - Precipitação volumétrica acumulada (mm) e temperatura média (°C), durante os quatro períodos semestrais (Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II), de outubro de 2013 a setembro de 2015, na área experimental AE-37, em Itatinga, SP

Sendo assim, observou-se que a precipitação acumulada alusiva aos dois primeiros semestres foi atípica, pois comparando a taxa entre os períodos verificou-se que no Chuvoso II e Seco II os valores foram quase o dobro dos constatados no Chuvoso I e Seco I, respectivamente. Além do que, no Chuvoso I a precipitação foi próxima do Seco II. Os dados climáticos para as temperaturas médias mostraram que não ocorreram alterações drásticas, ou seja, independente do período de acompanhamento os valores oscilaram na faixa normal de temperatura para a área de estudo nos períodos chuvosos e secos (Figura 2.2). Os resultados para os Período Chuvoso I e Seco I revelaram maior deficiência e menor excedente para o balanço hídrico sequencial simplificado e completo em comparação com o Período Chuvoso II e Seco II, reciprocamente (Figuras 2.3 e 2.4).

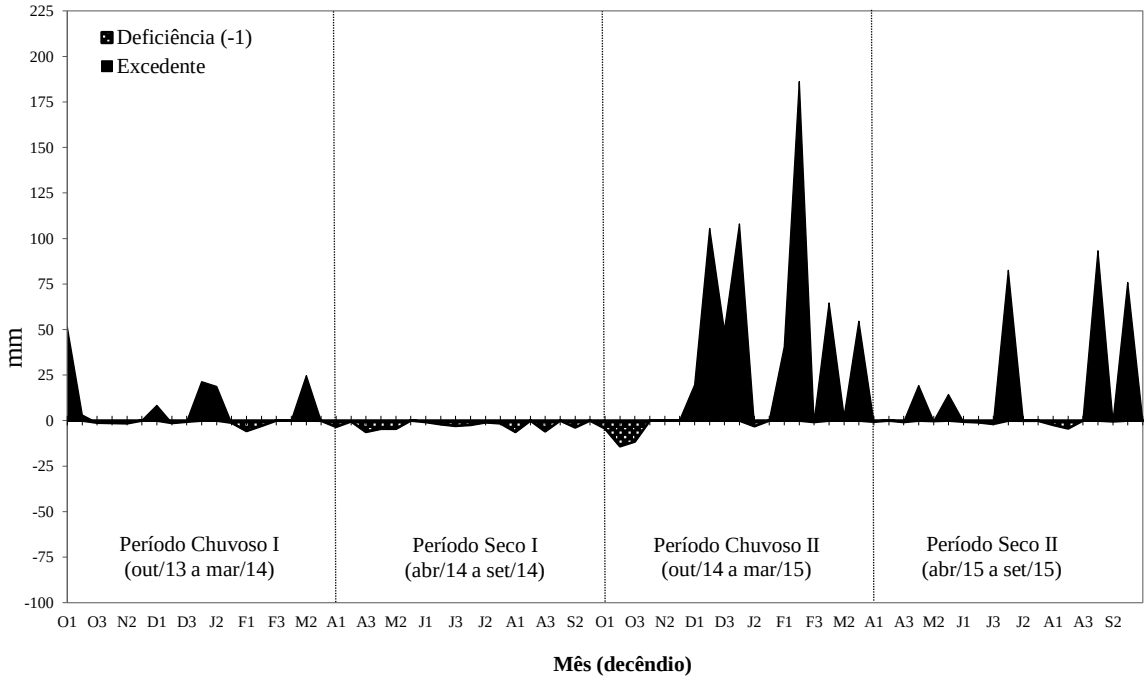

Figura 2.3 - Extrato do balanço hídrico simplificado, relacionando o déficit e excedente hídrico, durante os quatro períodos semestrais (Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II), de out/13 a set/15, obtido pelo método de Thornthwaite e Mather (1955), na área experimental AE-37, em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO distrófico, de textura média, em Itatinga, SP

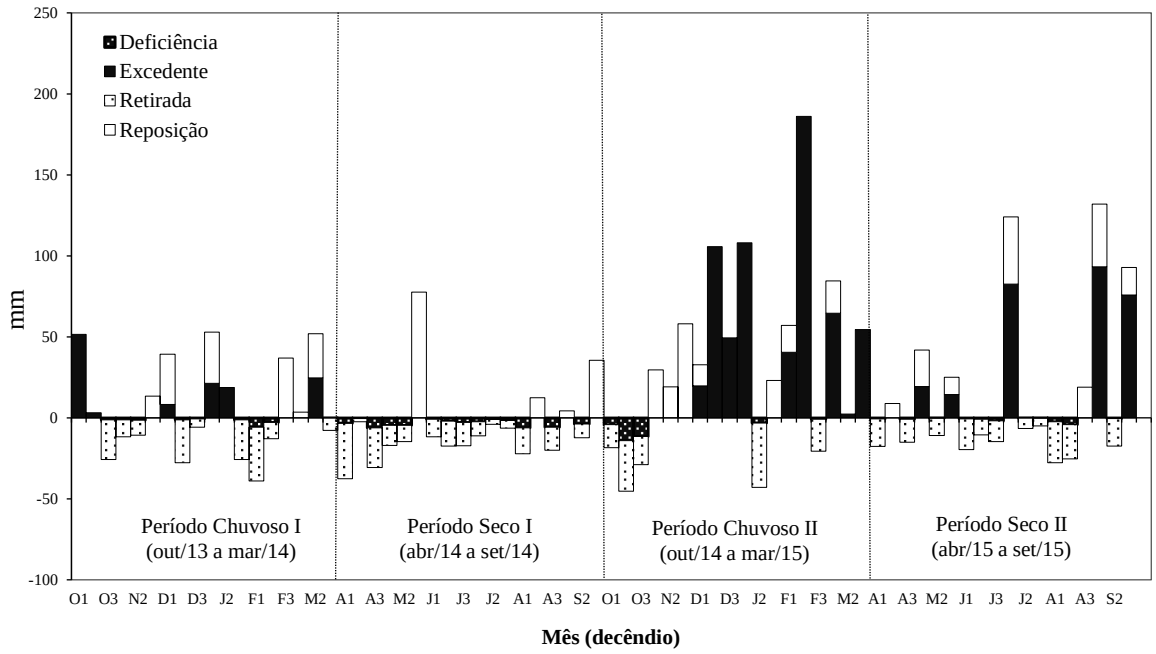

Figura 2.4 - Extrato do balanço hídrico completo, relacionando o déficit, excedente, retirada e reposição hídrica, durante os quatro períodos semestrais (Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II), de out/13 a set/15, obtido pelo método de Thornthwaite e Mather (1955), na área experimental AE-37, em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO distrófico, de textura média, em Itatinga, SP

2.2.2 Tratamentos e manejo silvicultural

A implantação do experimento foi em abril de 2003, com o plantio de mudas de *Eucalyptus grandis.* Inicialmente, objetivou-se avaliar a influência da aplicação, na linha de plantio, de lodo de esgoto úmido (LU), na forma de "torta", e lodo de esgoto seco (LS), na forma "granulado", sobre o crescimento das plantas e efeito sobre a fertilidade do solo (SILVA, 2006). Os lodos foram obtidos da ETE de Barueri-SP, que naquela época condicionava o resíduo com polieletrólito, o qual deixava o pH próximo de 7 e contribuía para aumento de matéria orgânica, nitrogênio, fósforo e zinco (Tabela 2.2).

Tabela 2.2 - Atributos químicos dos lodos de esgoto (LE), lodo úmido (LU) e lodo seco (LS), que foram aplicados no solo da área experimental AE-37, em abril de 2003

Características(1)	**Lodo Úmido (LU)**	**Lodo Seco (LS)**	**CONAMA**(2)
pH $CaCl_2$ (0,01 mol L^{-1})	7,3	...	...
Umidade a 65^{0}C (%)	76	4,1	...
Relação C/N	9,4	8,5	...
	---------- g kg^{-1} ----------		
Matéria orgânica	546	530	...
Carbono total	308	295	...
Nitrogênio total	33	35	...
Fósforo	33	38	...
Potássio	2,7	2,7	...
Cálcio	25	25	...
Magnésio	4,9	3,9	...
Enxofre	6,6	6,8	...
Sódio	0,6	0,9	...
Ferro	39	45	...
	---------- mg kg^{-1} ----------		
Manganês	194	300	...
Cobre	570	700	1500
Zinco	2380	3200	2800
Cádmio	19	...	39
Crômio	556	...	1000
Chumbo	130	...	300
Níquel	204	...	420

Nota: (1) Todos os valores de concentração são dados com base na matéria seca. (2) Teores máximos permitidos de metais pesados no lodo para uso agrícola, resolução N° 375/2006 do CONAMA (CONAMA, 2006). Metais pesados extraídos com HNO_3+HCl+H_2O_2 pelo método SW 846-3051a (USEPA, 2007), determinação por ICP-OES. ¨ Dado numérico não disponível. Fonte: Adaptada de Silva (2006).

Naquela época, abril de 2003, os tratamentos de interesse foram: fertilização mineral, com NPK, B, Zn e sem lodo de esgoto (FM); LU e LS nas doses (base seca) de 10, 20 e 30 t ha^{-1} (10LU, 20LU, 30LU, 10LS, 20LS e 30LS, respectivamente) com complementação de K e B na mesma quantidade que o tratamento FM, reciprocamente; e o controle (sem LU, LS e FM). A aplicação do lodo no solo foi em dose única com uma semana de plantio das mudas, numa faixa continua cerca de 50 cm na linha de plantio das árvores. O delineamento experimental do estudo foi em bloco ao acaso, com três repetições e os oito tratamentos que foram citados anteriormente. O plantio das mudas foi no espaçamento de 3 x 2 m. As parcelas foram constituídas de 64 árvores, 8 x 8 árvores, na área total, que representava 384 m^2, 24 x 16 m. A área útil da parcela, local onde efetivamente realizou-se as avaliações, continham 36 árvores, 6 x 6 árvores, com área de 216 m^2, envolta de bordadura simples de 28 árvores.

Em 2003, a recomendação de adubação mineral de base para o tratamento FM foi de 1,5 t ha^{-1} de calcário dolomítico, aplicado a lanço em área total; 110 kg ha^{-1} de fertilizante NPK (0-45-0), disposto no sulco de plantio; 150 kg ha^{-1} de NPK (10-20-10), disposto no sulco de plantio; e 80 kg ha^{-1} de NPK (20-0-20), aplicado ao redor das mudas após 45 dias do plantio. A adubação de cobertura foi conduzida aos 6 e 12 meses após o plantio das mudas, com aplicação de 180 e 240 kg ha^{-1} de NPK, B e Zn (16-0-32, 0,3 % de boro e 0,5 % de zinco, respectivamente), numa faixa continua de 40 cm na entrelinha de plantio, reciprocamente. Nos tratamentos com lodo foi realizado adubação mineral com complementação de potássio (K) e boro (B), devido à baixa concentração destes nutrientes nos lodos (LU e LS) e no solo, vez há demanda destes nutrientes para o crescimento vegetal. Para cada tratamento (LU, LS, FM e controle) foram aplicadas quantidades diferentes de nutrientes minerais, exceto para potássio (K_2O) e boro (Tabela 2.3).

Tabela 2.3 - Nutrientes adicionados ao solo nos tratamentos (Trat) com lodo de esgoto (LU = lodo úmido e LS = lodo seco) nas doses de 10, 20 e 30 t h^{-1}, respectivamente; fertilização mineral (FM) e controle (sem LU, LS e FM), desde a implantação do experimento, em 2003

Trat[(1)]	**N**	**P_2O_5**	**K_2O**	**Ca**	**Mg**	**S**	**B**	**Zn**	**Fe**	**Cu**	**Mn**	**Na**
	---------- kg ha^{-1} ----------											
10LU	327	327	160	252	49	66	1,3	24	390	6	2	6
20LU	654	654	160	504	97	133	1,3	48	780	11	3	12
30LU	981	981	160	755	146	199	1,3	71	1170	17	6	17
10LS	347	384	160	246	39	68	1,3	32	452	7	3	9
20LS	695	768	160	492	78	136	1,3	64	904	14	6	18
30LS	1042	1152	160	738	117	204	1,3	97	1356	21	9	27
FM	100	80	160	440	160	5	1,3	2	...	...	...	...
Controle		...	...	...	...	...	...	...	...	...	...	...

Nota: [(1)] aos 3 e 9 meses de plantio na 2ª e 3ª rotação de cultivo, foram aplicados 75 kg ha^{-1} de cloreto de potássio (KCl), exceto no tratamento controle, respectivamente. ... não foi adicionado o nutriente ao tratamento correspondente. Fonte: Adaptada de Silva (2006).

Em abril de 2008 foi realizada a colheita da madeira das árvores pertencentes a 1ª rotação de cultivo. Em seguida, com o mesmo delineamento e tratamentos, optou-se em realizar um novo experimento através do sistema de talhadia. Nesse novo estudo, relativo a 2ª rotação de cultivo, objetivou-se estudar o efeito residual de LU e LS na produção de biomassa aérea e no estoque de nutrientes em plantio jovem de *Eucalyptus grandis* (FERRAZ, 2013). Nesta 2ª rotação de cultivo, em todos os tratamentos (exceto o controle), foi realizada adição de cloreto de potássio (KCl), na dose de 75 kg ha^{-1}, aos 3 e 9 meses de condução, respectivamente. Esta adubação potássica foi necessária devido à baixa concentração de K nos lodos (Tabela 2.2). Aos sete meses após o corte foi conduzido o controle da brotação, ao qual optou-se em deixar 1 fuste e/ou cepa por touça, em que o critério de seleção utilizado foi a superioridade de crescimento em altura e vigor da planta. Em agosto de 2011, foi realizada a colheita das árvores desta rotação de cultivo, 2ª rotação de cultivo.

Em setembro de 2011, optou-se em realizar a reforma da área para implantação do terceiro estudo e em sistema de alto fuste, ao qual representa a 3ª rotação de cultivo, com plantio de mudas clonais de *Eucalyptus grandis.* Nessa rotação de cultivo, aos 3 e 9 meses de plantio, cada tratamento recebeu adubação mineral de 75 kg ha^{-1} de KCl, com exceção do tratamento controle, reciprocamente (Tabela 2.3). As principais atividades de manutenção do povoamento foram a capinha manual de plantas daninhas ao redor das mudas, aplicação de herbicidas nas entrelinhas de plantio e controle de formigas cortadeiras.

Em síntese, desde a aplicação do lodo de esgoto no solo, em 2003, a área experimental foi manejada com plantação de eucalipto durante três ciclos de cultivos (rotações de cultivos), em que o sistema de manejo de cada período foram alto fuste na 1ª rotação, talhadia na 2ª rotação e alto fuste na 3ª rotação. De forma geral, as principais atividades desenvolvidas na área experimental AE-37, desde abril de 2003 a setembro de 2015, podem ser observadas na Tabela 2.4. No presente estudo foram avaliados os tratamentos 10LU, 20LU, 30LU, 10LS, 20LS, 30LS, FM e controle referentes ao povoamento de eucalipto da 3ª rotação de cultivo, em sistema de alto fuste.

Tabela 2.4 - Resumo histórico das principais atividades desenvolvidas na área experimental AE-37, desde a etapa do plantio inicial com mudas de eucalipto e aplicação do lodo de esgoto no solo (1ª rotação de cultivo), em abr/2003, até fim das atividades de coleta de folhedo (3ª rotação de cultivo), em set/2015

Mês/Ano	Rotação de cultivo	Etapa	Sistema de manejo/fase
Abr/2003	1ª rotação	Plantio	Alto fuste/implantação
Abr/2003	1ª rotação	Aplicação do lodo no solo	Alto fuste/implantação
Abr/2008	1ª rotação	Corte	Alto fuste/colheita
Abr/2008	2ª rotação	Condução da brotação	Talhadia/implantação
Ago/2011	2ª rotação	Corte	Talhadia/colheita
Set/2011	3ª rotação	Reforma/plantio	Alto fuste/implantação
Abr/2013	3ª rotação	Coleta de folhedo (início)	Alto fuste/manutenção
Mar/2015	3ª rotação	Coleta de folha diagnóstica	Alto fuste/implantação
Mai/2015	3ª rotação	Amostragem de solo	Alto fuste/implantação
Jun/2015	3ª rotação	Medição de altura e DAP	Alto fuste/implantação
Jul/2015	3ª rotação	Cubagem	Alto fuste/implantação
Set/2015	3ª rotação	Coleta de folhedo (fim)	Alto fuste/manutenção

Nota: O lodo de esgoto foi aplicado em dose única no solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) e, na linha de plantio.

2.2.3 Fertilidade do solo

A avaliação da fertilidade do solo foi realizada em maio de 2015, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto da 3ª rotação de cultivo e lodo de esgoto aplicado no solo há 12,2 anos. A coleta de solo foi realizada na área útil de cada parcela, em 12 pontos distribuídos aleatoriamente nas linhas de plantio das plantas, ou seja, nas faixas que foram aplicadas o lodo de esgoto ou fertilizantes minerais. Em cada ponto de coleta foram retiradas amostras de terra nas camadas de 0-5, 5-10, 10-20 e 20-40 cm de profundidade. O equipamento utilizado para a coleta de terra foi trado holandês, em que tomou-se o devido cuidado para não ocorrer contaminação das amostras entre as camadas e parcelas, como limpeza de porções de terra, que ficavam aderidas às partes metálicas do trado.

As amostras coletadas, em cada parcela, foram agrupadas por profundidade, misturadas, homogeneizadas e secas ao ar até atingirem peso constante. Após a secagem, as amostras foram peneiradas em malha de 2 mm, homogeneizadas e levadas ao laboratório para determinação dos macronutrientes e outros atributos químicos do solo, conforme método proposto por Raij et al. (2001). Para determinação dos micronutrientes e metais pesados as amostras foram trituradas em cadinho de porcelana e peneiradas em malha de 0,5 mm e levadas ao laboratório para realização das análises químicas, conforme método SW 846-3050b (USEPA, 1996).

Nos Laboratórios de Fertilidade do Solo (FESOL) e Nutrição Mineral de Plantas (NMP) do Centro de energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) foram realizadas as análises químicas de terra para determinação do pH em $CaCl_2$; matéria orgânica (MO); acidez total (H+Al); nitrogênio total (N); fósforo (P); potássio (K); cálcio (Ca); magnésio (Mg) e enxofre (S). Também, indiretamente, foram calculados os valores para soma de base (SB), obtida pela adição dos teores de K, Ca e Mg; capacidade de troca catiônica (CTC), através da somatória dos valores de SB e acidez total; e saturação por base (V%), pela razão entre SB e CTC multiplicado por 100.

O método utilizado para determinar os teores desses atributos químicos foi o recomendado pelo Instituto Agronômico de Campinas (IAC), para o Estado de São Paulo (RAIJ et al., 2001). Em que: pH foi realizado em suspensão de solo em 0,01 M de cloreto de cálcio ($CaCl_2$) e leitura em peagâmetro; acidez total na mesma suspensão de solo que determinou o pH, em que adicionou-se uma solução tampão SMP e leitura no peagâmetro; a MO pelo método de Walkley-Black modificado, através da oxidação do carbono orgânico pelo dicromato de potássio e ácido sulfúrico, com determinação pelo método colorimétrico em espectrofotômetro; o P, Ca, Mg e K pelo método da resina trocadora de íons catiônicos e aniônicos, em que o P-resina foi determinado por colorimetria, em espectrofotômetro a 885 nm, para Ca e Mg adicionou-se aos extratos solução padrão de lantânio e leitura realizada em espectrofotômetro de absorção atômica; o K foi quantificado diretamente em fotometria de chama; o S foi determinado em solução extratora de fosfato de cálcio a 0,01 mol L^{-1}, em que adicionou-se cloreto de bário, que por turbidimetria realizou as leitura em espectrofotômetro; e N total pelo método de micro-Kjeldahl, e leitura em colorímetro.

Nos Laboratórios de Análise e Referência em Amostras Ambientais e Fertilizantes (LARAFERT) e Química Analítica (QA) do Centro de energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) foram conduzidas as análises para os micronutrientes: boro (B); cobre (Cu); ferro (Fe); manganês (Mn); molibdênio (Mo); níquel (Ni); zinco (Zn) e os metais pesados: selênio

(Se); cobalto (Co); bário (Ba); crômio (Cr); chumbo (Pb); arsênio (As) e cadmio (Cd); e alumínio (Al).

O método utilizado para determinar os teores desses elementos minerais (micronutrientes, metais pesados e alumínio) foi o SW-846-3050b, recomendado pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos para amostras de solo, sedimentos e resíduos (USEPA, 1996). Nessas análises, utilizou-se amostras padrão de referência NIST SRM-2709a (São Joaquin Soil), material certificado pelo National Institute of Standarts and Tecnology (NIST), para controle de qualidade das análises químicas, água ultrapura e digestão em ácido nítrico (HNO_3) purificado, peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido clorídrico (HCl) purificado. A leitura dos extratos digestivos foi conduzida pelo uso da técnica da espectrometria de emissão atômica com plasma de argônio (ICP-OES), no aparelho Thermo Scientific iCAP 7000. O limite mínimo de determinação do método analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}.

2.2.4 Folha diagnóstica

A coleta de folha diagnóstica foi realizada em março de 2015, aos 42 meses de idade e aos 12 anos de aplicação do LE no solo. Nessa coleta foram selecionadas 6 árvores médias existentes na área útil da parcela de cada tratamento e escolheu-se preferencialmente as árvores situadas no transecto diagonal, que ao total representou 18 árvores por tratamento. Em cada ponto cardeal das árvores foram retiradas 8 folhas situadas entre a terceira e a quinta inserção a partir da ponta do galho, que por árvore totalizou 32 folhas. As folhas amostradas estavam recém-maduras, localizadas na porção média dos galhos, entre a terceira e a quinta inserção a partir da ponta do galho e situados na base do terço superior da copa.

As amostras de folhas foram agrupadas por parcela e, em seguida, secas a 65°C em estufa de circulação forçada de ar, até atingirem peso constante. Após a secagem, as amostras foram moídas em moinho tipo Willey, com peneira de 1 mm e encaminhadas ao laboratório para análises químicas dos elementos N, P, K, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Ni, Mo, Zn, Co, Al, Ba, Cr, Pb, As e Cd. Para a realização das análises químicas utilizou-se água ultrapura, ácido nítrico purificado, amostras NIST SRM-1515 e SRM-1547 para controle de qualidade e o método para preparo dos extratos foi através da digestão nítrico-perclórica, exceto para determinação do nitrogênio (N) que foi utilizado o método micro-Kjeldahl (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997). As leituras dos extratos foram quantificadas por ICP-OES, com exceção do nitrogênio que foi realizada por colorimetria, com limite mínimo de determinação do método analítico utilizado de 0,1 mg kg^{-1}.

2.2.5 Folhedo depositado

A coleta de folhedo transferido para o solo foi realizada mensalmente durante 24 meses, de out/13 a set/15 ou aos 21 a 45 meses de idade das plantas de eucalipto. Tal período representou o estágio de crescimento das plantas onde se intensificou os processos de competição na busca de nutrientes, espaço, luz e água, principalmente. Em cada repetição ou parcela as amostras foram agrupadas a cada seis meses, que correspondeu aos seguintes períodos: Período Chuvoso I (out/13 a mar/14), Período Seco I (abr/14 a set/14), Período Chuvoso II (out/14 a mar/15) e Período Seco II (abr/15 a set/15).

Para realizar a coleta de folhedo depositado no solo foram utilizados 6 coletores constituídos por telas de náilon tipo sombrite, com cerca de 50 % de bloqueio de luz, e moldura de ferro com dimensões de 0,5 x 0,5 m, fixados sobre tubos de policloreto de polivinila (pvc) a 0,3 m de altura da superfície do solo. A disposição dos coletores foi efetuada sistematicamente na área útil de cada parcela (repetição) a fim de amostrar ¼ da área "funcional" de uma árvore, que correspondeu a uma área total de 1,5 m^2 por parcela.

As amostras de folhedo foram secadas a 65°C em estufa de circulação forçada de ar, até atingirem peso constante. Após a secagem, as amostras foram homogeneizadas e moídas em moinho tipo Willey, com peneira de 1 mm e encaminhadas ao laboratório para as análises químicas dos elementos N, P, K, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Ni, Mo, Zn, Co, Al, Ba, Cr, Pb, As e Cd, conforme descrito no Item 2.2.4 (folha diagnóstica).

Para a estimativa da produção de biomassa seca de folhedo transferida para o solo foi utilizado o peso seco das amostras pertencentes a cada período de monitoramento. Com os resultados das análises químicas para os diferentes elementos minerais e da produção de folhedo, em cada período, foi possível calcular o estoque de nutrientes e metais pesados devolvidos ao solo pela eq. (2.1):

$$Qij = Cij\ Bj \qquad (2.1)$$

Em que:

Qij = quantidade do nutriente "i" devolvido ao solo no período "j" (kg ha^{-1} ou mg ha^{-1});

Cij = concentração do nutriente "i" no período "j" (g kg^{-1} ou mg kg^{-1});

Bj = biomassa de folhedo produzido no período "j" (kg ha^{-1}).

2.2.6 Avaliações dendrométricas e nutricionais nos compartimentos aéreos

Foram realizadas medições de diâmetro a altura do peito (DAP), a 1,3 cm de altura da base do solo, e altura de 36 árvores da parcela útil de cada tratamento, aos 30 e 45 meses de idade das plantas de eucalipto e há 12,2 anos de aplicação de lodo de esgoto no solo. O inventário de 45 meses de idade foi utilizado para ajustar as equações necessárias para estimar as variáveis dendrométricas, como volume de madeira e biomassa na árvore. Com esses dados, as plantas foram agrupadas em classes de diâmetro, ao qual cada indivíduo representava uma classe de frequência, em que foram abatidas 24 árvores ao total. Essas árvores foram divididas em 3 grupos por classe de DAP para cada tratamento. O volume sólido do tronco foi estimado através da cubagem rigorosa, com medição dos diâmetros a cada metro até altura total da árvore e calculado através da fórmula de Smalian (SCOLFORO; THIERSCH, 2004).

As árvores abatidas foram separadas em tronco, galho e folha, que foram pesadas úmidas, em balança digital com precisão de 0,01 kg e capacidade máxima de 60 kg. Também, foi recolhida amostras nos seguintes locais de cada árvore: a) terço superior, médio e inferior da copa, para coleta de 30 folhas localizadas nas quatro direções cardeais, que proporcionou um total de 90 folhas por árvore; b) nesses mesmos terços, foi coletado amostras de galhos finos menor que 2 cm e grossos maior que 2 cm e c) a partir da base do tronco, foram serrados discos de madeira com cerca de 3 cm de espessura na altura do DAP (1,3 m do solo) e nas distâncias de 0, 25, 50, 75 e 100 % da altura total da árvore (FERRAZ, 2013). Foram obtidas amostras dos discos, e estas foram separadas em lenho e casca, sendo ambos pesados após secagem (estufa de circulação de ar a 65ºC). As folhas e galhos foram secas na mesma condição.

O volume de madeira e biomassa área seca do lenho, casca, galho e folha foram obtidos através do modelo quadrático linearizado de Shumacher e Hall (1933), conforme eq. (2.2).

$$X = \beta_0 DAP^{\beta 1} H^{\beta 2} \varepsilon \quad \rightarrow \quad LnX = \beta_0 + (\beta_1 LnDAP) + (\beta_2 LnH) + \varepsilon \tag{2.2}$$

Em que:

X = Variável de interesse;

$\beta_{0,1,2}$ = Parâmetros ou coeficientes estimados;

DAP = Diâmetro a Altura do Peito (cm);

H = altura (m).

A biomassa seca de cada componente aéreo da planta (lenho, casca, galho e folha) foram agrupadas por parcela, moídas e levadas ao laboratório para realização das análises químicas, conforme descrito no Item 2.2.4 (folha diagnóstica). Para a estimativa do estoque dos minerais em cada compartimento aéreo ajustou-se a eq. (2.1), citada no Item 2.2.5, em que o estoque de minerais (kg ha^{-1} ou mg ha^{-1}) foi obtido do produto entre a concentração do elemento "i" (g kg^{-1} ou mg kg^{-1}) e a biomassa seca "j" (kg ha^{-1}) de cada componente da árvore.

2.2.7 Área foliar

As folhas coletadas dos terços inferior, médio e superior da copa das árvores (Item 2.2.6) foram limpas com papel absorvente, pesadas e digitalizadas. A digitalização foi conduzida no scanner de mesa HP Scanjet G2710 com resolução de 300 dpi e salva no formato JPGE. Estes arquivos foram processadas no software ImageJ que permitiu obter o comprimento (COMP), a largura (LARG) e a área foliar (AF) de cada amostra (IMAGEJ, 2003).

Depois de digitalizadas as folhas foram secas em estufa a 65°C até atingir massa constante. A estimativa para a média da área foliar específica (AFE) de cada tratamento foi calculado através da razão entre a AF e a biomassa seca das folhas (BF) multiplicado por 1000. O índice de área foliar (IAF) foi determinado através da razão entre os valores da área foliar total da árvore (AFT) e área de solo (AS) ocupada pela planta, com valor de 6 m^2 obtida do espaçamento de 3 x 2 m. As eq. (2.3, 2.4 e 2.4) resumem os cálculos para a estimativas da AFE e IAF.

$$AFE = AF / (BF1000) \quad (2.3)$$

$$AFT = AFE\ BFT \quad (2.4)$$

$$IAF = AFT / AS \quad (2.5)$$

Em que:

AFE = Área foliar específica ($m^2\ kg^{-1}$);

AF = Área foliar com base na matéria verde (mm^2);

BF = Biomassa seca da folha (g);

AFT = Área foliar total (m^2 $árvore^{-1}$);

BFT = Biomassa seca total de folhas (kg $árvore^{-1}$);

IAF = Índice de área foliar ($m^2\ m^{-2}$);

AS = Área de solo ocupada por árvore (m^2).

2.2.8 Análise de dados

Os diferentes tratamentos foram submetidos à análise de variância pelo teste F e as médias comparadas pelo teste de Tukey, ao nível de 5 % de significância ($p < 0,05$). As variáveis sofreram transformações Box-Cox, quando necessário, a fim de atender as suposições de normalidade dos resíduos e homocedasticidade das variâncias dos resíduos. Todas as análises foram realizadas no software SAS 9.3 (SAS, 2012).

2.3 Resultados e discussão

2.3.1 Validação do método analítico em amostras certificadas

Os resultados do controle de qualidade das análises químicas nas amostras NIST SRM-2709a (São Joaquin Soil) e NIST SRM-1515 (Apple Leaves) e NIST SRM-1547 (Peach Leaves) podem ser observados nas Tabelas 2.5 e 2.6, reciprocamente. Nestes resultados, de forma geral, verifica-se que os valores determinados para os metais pesados estiveram dentro do limite esperado dos valores certificados.

Tabela 2.5 - Teores de metais pesados nos materiais de referência certificados, em amostras de solo SRM-2709a (São Joaquin Soil), extrator HNO_3+HCl purificado, conforme método SW-846-3050a (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES

Elemento	SRM-2709a (San Joaquin Soil) Certificado				SRM-2709a (San Joaquin Soil) Determinado			
	n	Mín.	Máx.	Média	n	Mín.	Máx.	Média
	---------- mg kg^{-1} ----------				---------- mg kg^{-1} ----------			
Al	7	13000	17000	16000	6	19351	22487	21515
As	8	6,4	10,0	7,8	6	8,0	8,5	8,2
B	...	...	...	...	6	60	70	63
Ba	8	350	400	380	6	380	393	387
Cd	5	0,33	0,66	0,4	6	0,69	0,86	0,78
Co	8	8,2	13,0	10	6	11,9	12,3	12,1
Cr	8	46	67	53	6	71	74	72
Cu	7	24	28	27	6	25	27	26
Fe	8	22000	26000	24000	6	25827	26661	26285
Mn	8	380	450	420	6	432	453	442
Mo	...	...	...	...	6	2	2	2
Ni	8	59	71	66	6	70	72	71
Pb	7	8	11	9,2	6	7	9	8
Se	5	0,69	1,90	0,95	6	2,00	2,33	2,15
Zn	8	69	87	79	6	85	91	88

Nota: n = Número de amostras. Mín. = Mínimo. Máx. = Máximo. SRM = Standard Reference Material. ¨ Não determinado pelo NIST. Limite mínimo do método analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

No entanto, nas amostras de solo NIST SRM-2709a os teores foram superestimados em relação aos valores da faixa estabelecida para os materiais certificados pelo NIST. Estes resultados foram para Al, Cd, Cr e Se, mas estas quantidades determinadas estiveram próximo dos valores certificados pelo NIST. Essas diferenças podem ser decorrentes da maior recuperação destes metais pesados durante etapa de análise química pela digestão com ácido nítrico (HNO_3) purificado, peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido clorídrico (HCl) purificado, conforme método SW-846-3050b (USEPA, 1996).

Os valores dos analitos das amostras NIST SRM-1515 e NIST SRM-547 de material vegetal evidenciaram concentrações superiores às certificadas, principalmente, para As, Pb e Se. Nestas amostras, outros elementos apresentaram médias inferiores as quantidades certificadas, com destaque para Fe, Mo e Ni. No entanto, estas diferenças estiveram próximas dos valores certificados, especialmente, quando se considerou o desvio padrão médio (DP) dos analitos certificado e determinados. As concentrações para Cd e Co, nestas amostras, não foram determinadas (ND), porque apresentaram valores menores a 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de quantificação por ICP-OES.

Tabela 2.6 - Concentrações de metais pesados em materiais de referência certificados, em amostras de material vegetal SRM-1515 (Apple Leaves) e SRM-1547 (Peach Leaves), extrator HNO_3+$HClO_4$, conforme método proposto por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997), quantificação por ICP-OES

Elemento	SRM-1515 (Apple Leaves)				SRM-1547 (Peach Leaves)			
	Certificado		Determinado		Certificado		Determinado	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
	---------- g kg^{-1} ----------				---------- g kg^{-1} ----------			
Ca	15,26	0,15	15,21	0,25	15,6	2,00	15,41	0,34
K	16,1	0,20	15,7	0,4	24,3	3,0	23,0	0,7
Mg	2,71	0,08	2,59	0,04	4,32	0,08	4,01	0,08
P	1,59	0,11	1,44	0,08	1,37	0,07	1,20	0,05
S	(1,8)	...	1,6	0,1	(2)	...	1,4	0,1
	---------- mg kg^{-1} ----------				---------- mg kg^{-1} ----------			
Al	286	9	237	12	249	8,00	200	7
As	0,038	0,007	0,057	0,004	0,06	0,02	0,08	0,01
B	27	2	22	1	29	2,00	24	2
Ba	49	2	47	1	124	4,00	115	2
Cd	(0,013)	0,0	ND	ND	(0,027)	0,0	ND	ND
Co	0,09	...	ND	ND	0,07	...	ND	ND
Cr	(0,3)	...	0,3	0,04	(1)	...	1	0,03
Cu	5,64	0,24	5,73	0,16	3,7	0,4	3,8	0,1
Fe	(83)	5,00	76	2	(218)	14	195	5
Mn	54	3,00	54	1	98	3	94	3
Mo	0,094	0,01	0,064	0,013	0,06	0,01	0,05	0,01
Ni	0,91	0,12	0,66	0,10	0,69	0,09	0,41	0,08
Pb	0,47	0,02	0,66	0,04	0,87	0,03	1,00	0,06
Se	0,05	0,01	0,07	0,01	0,12	0,01	0,14	0,01
Zn	12,5	0,30	13,7	0,6	17,9	0,4	18,3	1,9

Nota: Média (n = 3). DP = Desvio padrão. SRM = Standard Reference Material. ··· Não determinado pelo NIST. Valores entre parênteses são apenas para informação, pois não foram certificados pelo NIST. ND = Não determinado, valores menores que 0,1 mg kg^{-1}, limite do método analítico utilizado, por ICP-OES.

Portanto, pode-se dizer que houve precisão e exatidão do método utilizado, ou seja, validação dos resultados analíticos, já que os valores determinados nas amostras NIST de solo e plantas em comparação com os valores certificados evidenciaram a qualidade das análises químicas, pelo fato dos valores determinados terem sido semelhantes às quantidades estabelecidas para os materiais de referência certificados.

2.3.2 Fertilidade do solo

Os resultados dos atributos químicos do solo para pH, matéria orgânica (MO), soma de base (SB), acidez total (H+Al), capacidade de troca catiônica (CTC) e V% mostraram efeito residual significativo de lodo de esgoto há 12,2 anos de aplicação na linha de plantio, em comparação com o tratamento FM e controle (Figura 2.5).

De forma geral, em cada profundidade, observou-se que os teores desses atributos foram maiores nos tratamentos com LE, com exceção do pH e V%, que apresentaram valores menores em comparação as quantidades verificadas nos tratamentos com fertilização mineral e o tratamento controle, principalmente, nas camadas mais profundas. Os tratamentos com as doses de 10 t ha^{-1} de lodo úmido (LU) e lodo seco (LS) não apresentaram diferença em relação aos valores verificados nos tratamentos de fertilização mineral e controle para o pH, MO, SB, H+Al, CTC e V% nas camadas de 0-5, 5-10, 10-20 e 20-40 de profundidade, exceto na camada de 0-5, ao qual o tratamento 10LU apresentou maiores valores para a CTC e H+Al.

Oito anos após aplicação de LE no solo, na mesma área experimental em sistema de talhadia, o pH nos tratamentos com LE foi inferior ao obtido no tratamento FM, ao passo que a MO , H+Al e CTC não apresentaram diferenças entre os tratamentos (FERRAZ, 2013). A redução do pH do solo decorrente da aplicação de LE foi encontrada em outras pesquisas (HARRISON et al., 1994; BRALLIER et al., 1996; DAHLIN et al., 1997). Tal decréscimo do pH, decorrente da aplicação de LE, foi atribuído à formação de íons H^+ no processo de nitrificação (oxidação da amônia e produção de nitrito e nitrato), oxidação de sulfitos e produção de ácidos orgânicos, com destaque, nas áreas que receberam as doses mais altas de lodo de esgoto.

Os valores do pH nos tratamentos controle, FM, LU e LS foram de acidez muito alta, com média variando de 3,5 a 3,8 nas camadas de 0-5, 5-10, 10-20 e 20-40 cm de profundidade. O LE (LU ou LS) contribuiu para aumento do teor de MO nas camadas superficiais do solo, principalmente, até a profundidade de 10 cm, com valores variando de 20 a 40 g kg^{-1}. Ao passo que os resultados nas diferentes profundidades e tratamentos para V% foram considerados muito baixo, conforme limites definidos por Raij et al. (1996).

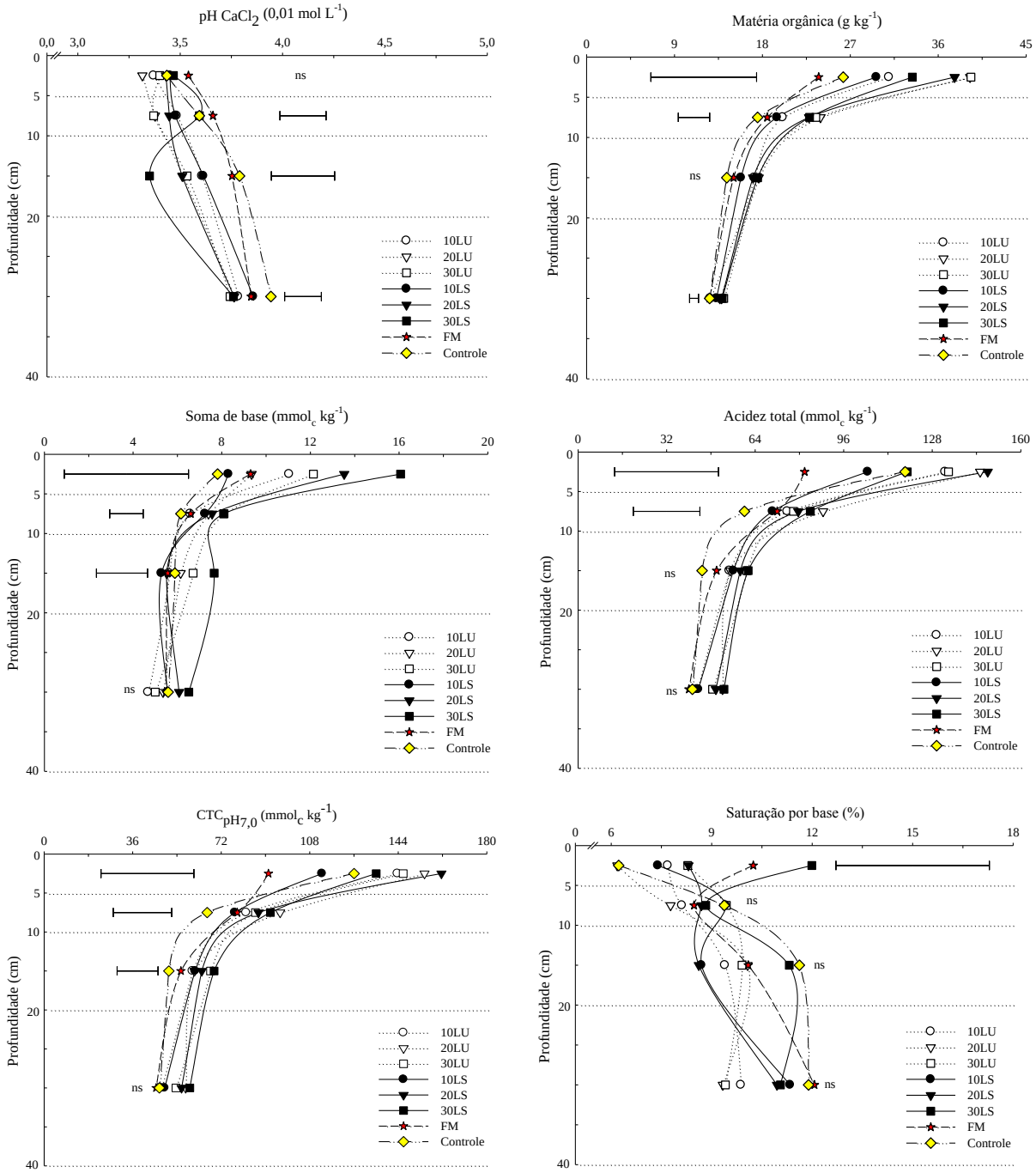

Figura 2.5 - Atributos químicos do solo nos diferentes tratamentos, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. A matéria orgânica (extraída por dicromato de potássio e ácido sulfúrico) e os outros atributos químicos foram determinados pelo método proposto por Raij et al. (2001). Para as médias: barra horizontal = Desvio Mínimo Significativo (DMS) e ns = não significativo, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Em LATOSSO VERMELHO Distrófico, textura média, após 16 anos de aplicação de LE no solo, o teor de matéria orgânica no tratamento com a dose de 20 t ha^{-1} de lodo de esgoto foi superior ao tratamento controle (YADA et al., 2015), com isso, demonstrando que a aplicação de LE ao solo agrícola pode ser uma alternativa para aumentar os teores desse atributo no solo. Em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELORO Distrófico, de textura média, cultivado com plantas de eucalipto aos 18 meses após aplicação de doses de 10 t ha^{-1} de LE ao solo não foi observado aumento no teor de MO nos tratamentos com LE em comparação ao teores constatados nos tratamentos controle e fertilização mineral, provavelmente, devido o resíduo ter estimulado o aumento da atividade microbiana do solo e, consequentemente, reduzindo os teores de matéria orgânica (SILVA, 2006).

Os tratamentos na dose de 10 t ha^{-1} de LS nas camadas de 0-5, 5-10, 10-20 e 20-40 cm de profundidade não apresentaram diferenças em relação ao tratamento de fertilização mineral para os teores de SB, H+Al, CTC e V%. A avaliação da fertilidade do solo, após a aplicação de lodo de esgoto no solo, na camada de 0-15 cm de profundidade evidenciou que não houve diferença entre o tratamento com LE e fertilizantes minerais para a CTC, porém, os valores nestes tratamentos foram superiores em alusão aos obtidos no tratamento controle (ATHAMENH et al., 2015). Alguns atributos do solo podem ser utilizados para monitorar o efeito residual de LE em solos agrícolas, principalmente, aqueles que têm relação direta com a matéria orgânica, tais como, o pH, manganês disponível, carbono orgânico dissolvido, enxofre disponível, nitrato e amônio (COSCIONE et al., 2014).

Quanto aos macronutrientes, verificou-se que o efeito residual de lodo de esgoto aplicado em doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1} há 12,2 anos no solo (LVAd) cultivado com plantas de eucalipto apresentou teores mais elevados nas camadas superficiais do solo, com destaque, para aumento dos teores de nitrogênio total (N), fósforo resina (P-resina) e cálcio (Ca^{+2}). A título de exemplo, os teores de P-resina aumentaram diretamente com aumento da dose de LE aplicada no solo, e os tratamentos com estas doses apresentaram teores superiores em comparação aos valores obtidos no tratamento FM e controle (Figura 2.6).

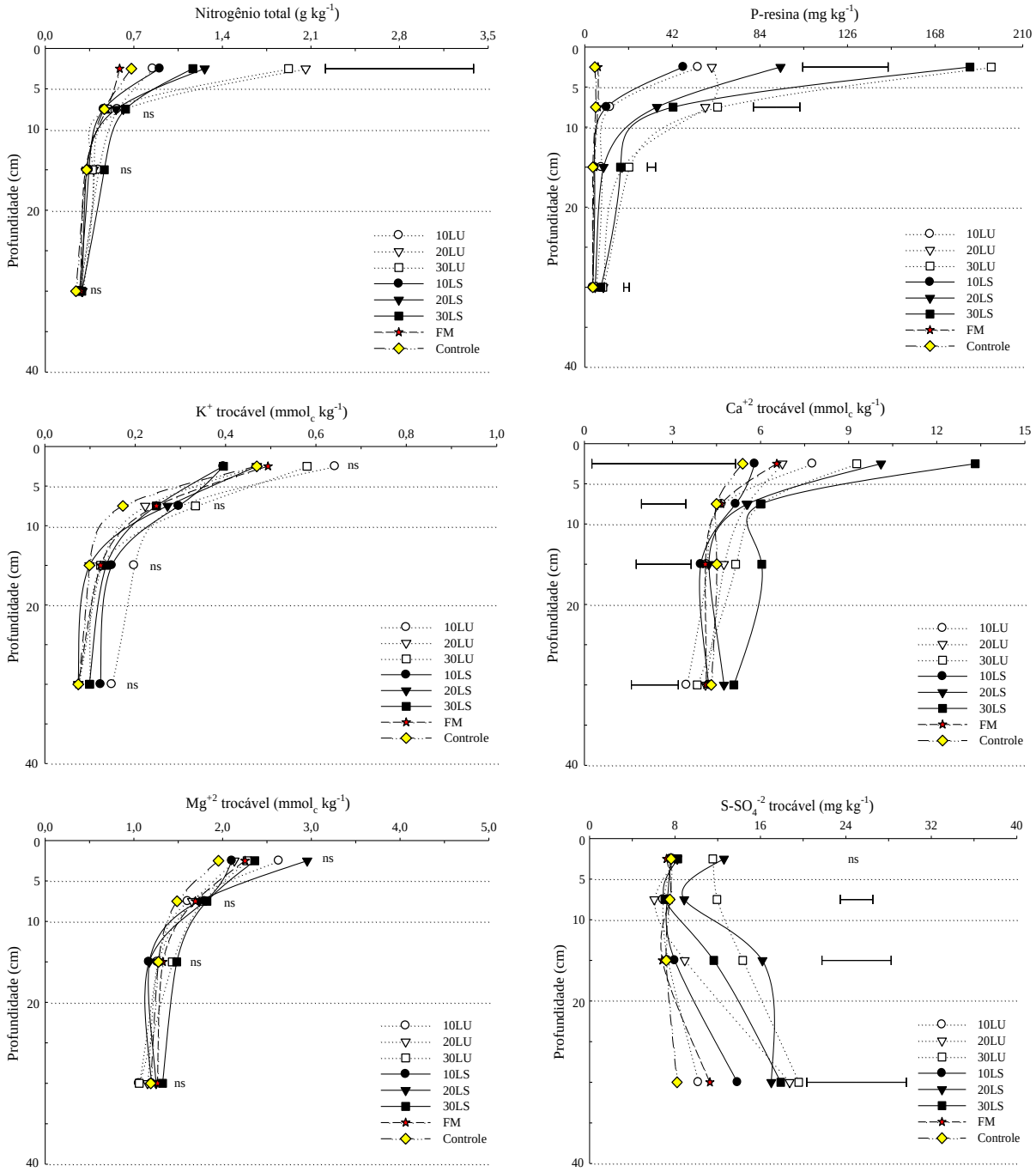

Figura 2.6 - Teores de macronutrientes nos diferentes tratamentos, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Extratores: N-total = ácido sulfúrico; P-resina, Ca^{+2}, K^{+} e Mg^{+2} = resina trocadora de íons; $S\text{-}SO_4^{-2}$ = fosfato de cálcio, conforme método proposto por Raij et al. (2001). Para as médias: barra horizontal = Desvio Mínimo Significativo (DMS) e ns = não significativo, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Não foi observado efeito residual de LU ou LS para K^+ e Mg^{+2} trocável. Fato que pode ser explicado por causa das baixas concentrações destes nutrientes no lodo de esgoto que foi aplicado ao solo. Em todas as profundidades e tratamentos os teores disponíveis no solo destes mesmos nutrientes foram considerados muito baixo e baixo (K^+ e Mg^{+2}, respectivamente), conforme Raij et al. (1996). Para N verificou-se que o efeito residual de LU e LS não foi significativo a partir da camada de 0-5 cm de profundidade entre os diferentes tratamentos. Nesta camada em questão, os tratamentos com os lodos apresentaram os maiores valores, com destaque para os tratamentos 20LU e 30 LU.

Em todas as profundidades, os teores de P-resina pertencentes aos tratamentos FM e controle foram inferiores aos valores dos tratamentos com LE. Os tratamentos 10LU e 10LS, com menor dose de lodo, apresentaram teores de 54 e 47 mg kg^{-1} na camada de 0-5 cm de profundidade, reciprocamente. A interpretação para o alto teor de P-resina nos tratamentos com LE pode ser resultante da maior quantidade de LE que se acumulou nesta camada, e que ainda pode estar liberando quantidade elevadas deste nutriente para a solução do solo. Haja vista, que a aplicação do resíduo ao solo foi conduzida na linha de plantio das plantas de eucalipto com largura próxima de 50 cm.

Considerando os teores médios para a camada de 0-20 cm de profundidade, obtida das camadas de 0-5, 5-10 e 10-20 cm de profundidade, encontrou-se que os teores de P-resina foram muito baixo, baixo e muito alto nos tratamentos controle, FM e com LE, reciprocamente. Neste mesmo cálculo, os teores de Ca^{+2} foram médio em todos os tratamentos e de $S\text{-}SO_4^{-2}$ foram médio no tratamento controle e FM, enquanto, que nos tratamentos com LE os teores deste nutriente variaram de médio a alto, conforme teores definidos por Raij et al. (1996). Embora, a concentração de $S\text{-}SO_4^{-2}$ no LE aplicado no solo há 12,2 anos tenha sido menor que as de N, P- resina e Ca^{+2} (Tabela 2.2), observou-se efeito residual do LE no teor deste nutriente, acima de tudo, com aumento da profundidade. Tal acontecimento pode ser explicado devido à alta mobilidade do enxofre em direção à camada subsequente do solo. Este nutriente, nos tratamentos com LS e LS apresentou teores variando de 10 a 20 mg kg^{-1} na camada de 20-40 cm de profundidade.

Entre os tratamentos com LE e FM houve diferença para os teores de P, S, Ca e Mg, na mesma área experimental, com valores mais altos nas camadas superficiais, com exceção do S, porque este nutriente apresenta alta mobilidade no solo em direção as camadas mais profundas (FERRAZ, 2013). A aplicação de doses de LE, variando de 5 a 40 t ha^{-1}, em LVAd com plantação florestal, aumentou os teores de macronutrientes, com destaque de P-resina e Ca^{+2} (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004).

Em solos ácidos de deferentes regiões do Brasil os teores de nitrogênio total, fósforo e enxofre disponíveis foram elevados no tocante a aplicação de compostos de lixo urbano. Tal fato, provavelmente, foi devido à alta quantidade de fósforo que esse resíduo possuía, aumento do pH e da contribuição da matéria orgânica, além do mais, para nitrogênio e enxofre pode ter sido ocasionado, principalmente, pela mineralização da MO constituinte no composto (ABREU JUNIOR; MURAOKA; OLIVEIRA, 2002). Diante deste contexto, pode-se dizer que o efeito residual do LE úmido ou seco aplicado no solo há 12,2 anos, com plantações de eucalipto, contribuiu para aumento da fertilidade do solo. Tendo em vista, que o lodo de esgoto pode estar sendo mineralizado, pela ação de microrganismos, e que quantidades elevadas de nutrientes possivelmente foram liberadas para a solução do solo, acima de tudo de P-resina, Ca^{+2} e S- SO_4^{-2}.

Na avaliação dos micronutrientes, observou-se que a adição de lodo de esgoto no solo há 12,2 anos influenciou positivamente no aumento de teores de cobre (Cu) e zinco (Zn). Enquanto, de boro (B), ferro (Fe), manganês (Mn) e molibdênio (Mo) não houve diferença entre os tratamentos com LU, LS, FM e controle, exceto para Mo nas doses 20 e 30 t ha^{-1} de LU na camada de 0-5 cm de profundidade (Figura 2.7). Ademais, em doses iguais, os tratamentos com LU apresentaram maiores teores de Cu e Mo em relação aos teores dos tratamentos com LS, especialmente, na camada de 0-5 cm de profundidade.

Entre as diferentes profundidades, os tratamentos com FM e controle apresentaram uniformidade nos teores de Cu e Zn. Ao contrário, foi observado nos tratamentos com adição de LU ou LS. Razão qual, observada pelo efeito residual significativo dos lodos nos teores destes mesmos nutrientes em relação aos tratamentos FM e controle, principalmente nas camadas superficiais. Nestas camadas, encontrou-se os teores mais elevados de Cu, Mo e Zn, evidenciando assim, que o efeito residual dos lodos foi positivo à fertilidade do solo e não ocasionou sua contaminação, pelo motivo, dos teores nas diferentes profundidades terem sido de valores de referência de qualidade (VRQ) para estes nutrientes, exceto na camada de 0-5 cm de profundidade, devido os tratamentos nas doses de 20 e 30 t ha^{-1} de LE terem apresentados teores de Zn abaixo de valores de prevenção (VP). Contudo, tais teores não evidenciaram contaminação do solo como efeito residual do lodo de esgoto, por isso permitem o uso agrícola, conforme os limites definidos pela CETESB (2014). Além do que, no momento da amostragem de solo foi observado que na camada de 0-5 cm o LE que foi aplicado ao solo, por ocasião do plantio, ainda não tinha sido totalmente mineralizado. Tal ocorrido, possivelmente explica os altos teores de Zn na respectiva camada, especialmente, nos tratamentos com as doses de 20 e 30 t ha^{-1} de LE.

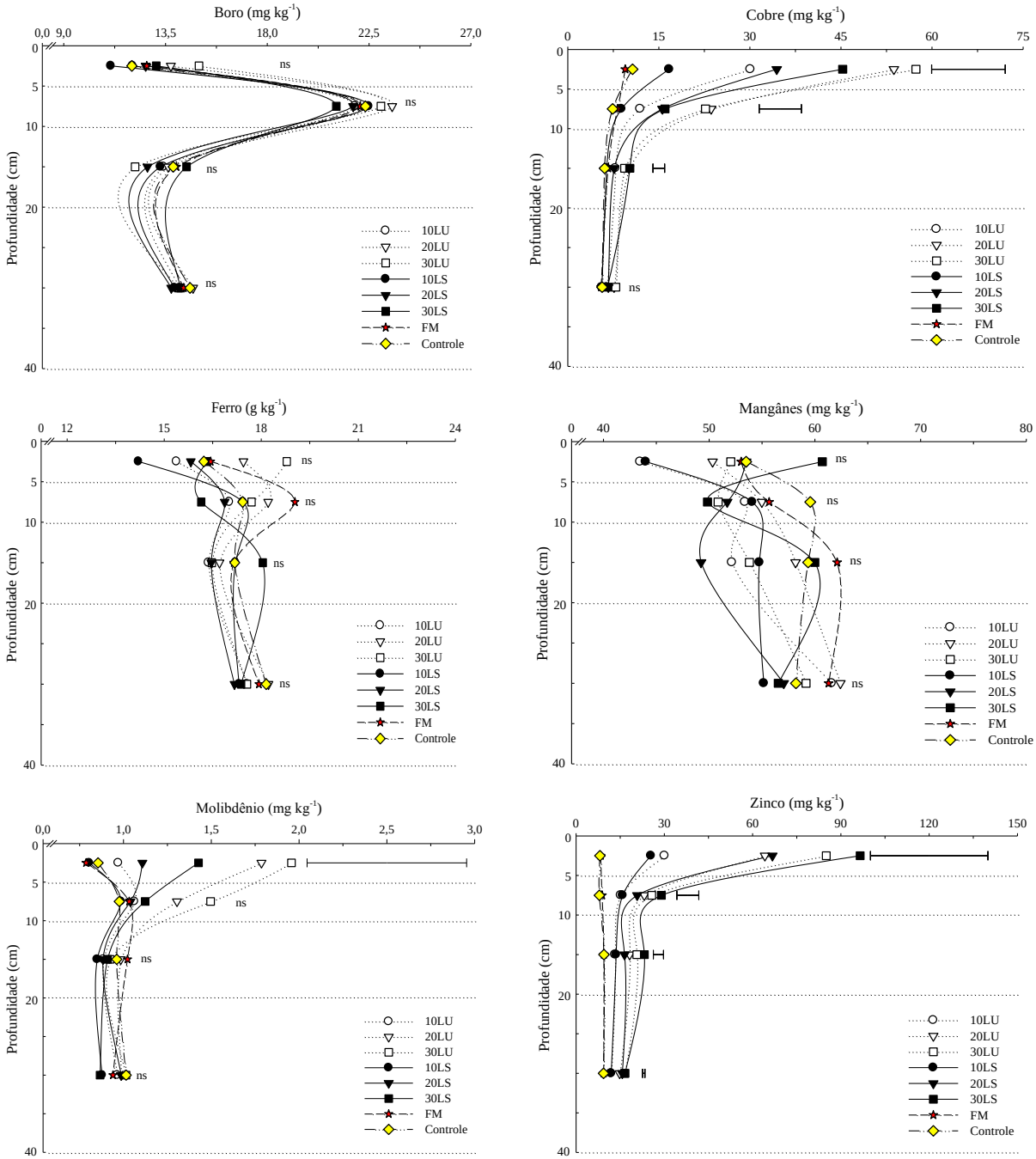

Figura 2.7 – Teores de micronutrientes nos diferentes tratamentos, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Extração com HNO_3+HCl purificado, conforme método SW-846-3050b (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES. Para as médias: barra horizontal = Desvio Mínimo Significativo (DMS) e ns = não significativo, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Nos diferentes tratamentos não houve diferença para os teores de B, independente da profundidade, principalmente, porque a concentração de B no LE era baixa (Tabela 2.2). Porém, observou-se que na camada subsuperficial, de 5-10 cm de profundidade, as quantidades foram as mais elevadas dentre as demais camadas. Esses resultados podem estar associados à dinâmica do nutriente no ecossistema, devido os processos de mineralização comumente ser mais intenso nas camadas superficiais. No solo, o teor de B está associado com a matéria orgânica e frações de argila, além do mais, é considerado um dos micronutrientes mais móvel no solo, embora, as frações solúveis sejam relativamente baixas e variam cerca de 3 a 5 % do teor total do solo (KABATA-PENDIAS, 2011).

Na 1ª rotação de cultivo, nesta mesma área experimental, após 18 e 36 meses de aplicação do resíduo ao solo não houve diferença entre os tratamentos controle e LE, nas doses de 10 t ha^{-1}, para os teores de B, Fe e Mn. Ao contrário, foi constatado para os teores de Zn e Cu, ou seja, os tratamentos com LE apresentaram valores superiores em relação ao tratamento controle (SILVA, 2006). Em sistema de talhadia, 2ª rotação de cultivo, os tratamentos com as diferentes doses de lodo úmido ou seco incrementaram maiores teores de Cu e Zn em comparação as quantidades averiguadas nos tratamentos de fertilização mineral e controle, principalmente, nas camadas superficiais (FERRAZ, 2013).

Portanto, pode-se destacar que o efeito residual de LE em relação ao manejo com fertilização mineral contribuiu no aumento da fertilidade do solo, por exemplo, no incremento de Cu e Zn no solo. Além de tudo, os teores destes nutrientes não evidenciaram contaminação do solo como efeito residual do lodo de esgoto, permitindo uso agrícola do solo. A aplicação de LE há 13 anos no solo, semelhantemente, evidenciou aumento nos teores de Cu e Zn nas camadas 0-10 e 10-20 cm de profundidade (NOGUEIROL et al., 2013). De maneira oposta, o aumento da matéria orgânica contribui para maior sorção de Cu e Zn no solo (VYTOPILOVÁ et al., 2015). Além do que, tem-se demonstrado que os ácidos fúlvicos e húmicos podem desempenhar papel fundamental no processo de adsorção de Cu e Zn, especialmente, pela produção de quelatos (MANDAL; HAZRA; MANDAL, 2000).

O efeito residual da aplicação das diferentes doses dos LU e LS há 12,2 anos no solo aumentou os teores de As, Ba, Pb, Cd, Ni e Se, acima de tudo, na dose mais alta do resíduo, ao qual os tratamentos com o lodo apresentaram diferença em comparação aos valores observados nos tratamentos FM e controle. De modo inverso, não se obteve diferença entre tais tratamentos para os teores de Co e Cr (Figura 2.8).

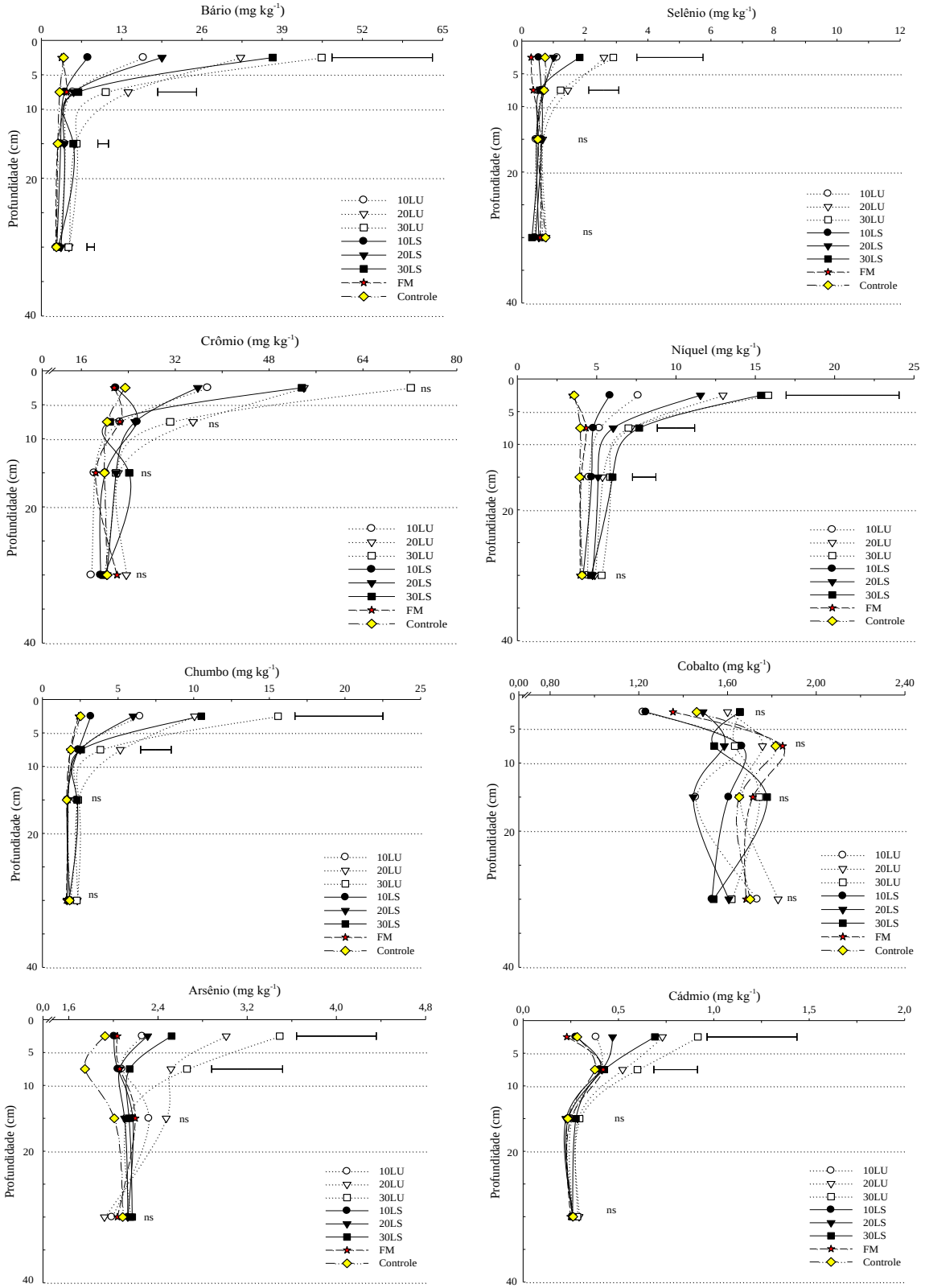

Figura 2.8 – Teores de metais pesados nos diferentes tratamentos, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Extração HNO_3+HCl purificado, conforme método SW-846-3050b (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES. Para as médias: barra horizontal = Desvio Mínimo Significativo (DMS) e ns = não significativo, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Independente da dose e tipo de lodo, os teores destes metais pesados (As, Ba, Cd, Co, Cr, Pb, Se e Ni) não contaminaram o solo, uma vez que nas diferentes camadas foram de VRQ, exceto na camada de 0-5 cm de profundidade que apresentou teores de Ni, Cr e Cd nos tratamentos com as doses de 20 e 30 t ha^{-1} abaixo de valores de prevenção VP e teores de Se, independente dos tratamentos (LU, LS, FM e controle), abaixo de VP, exceto na profundidade de 0-5 que nos tratamentos 20LU, 30LU e 20LS foram de VP, conforme valores fixados em decisão de diretoria Nº 045/2014/E/C/I para os metais pesados (CETESB, 2014). A provável explicação para o alto teor de Se em todos os tratamentos pode ter sido decorrente da ação do intemperismo na rocha de origem ou outros resíduos oriundos de atividades antrópicas. Ademais, pode ter ocorrido "efeito de matriz", ou seja, interferências causadas por substâncias que constituíam a matriz da amostra dos analitos, quantificados por ICP-OES.

O efeito residual na dose mais baixa de LE, de 10 t ha^{-1}, para os teores de Cd, Cr e Se, independente da profundidade e tipo de lodo, não apresentaram diferença em alusão ao tratamento FM ou controle. Além do mais, verificou-se que os teores nesta dose foram considerados de VRQ, com exceção do Se. De maneira geral, foi possível observar que na mesma dose de LE, os tratamentos com LU apresentaram teores mais elevados de As, Ba, Cd, Cr, Ni, Pb e Se em comparação aos valores dos tratamentos de LS, principalmente, na camada superficial do solo. Na camada de 0-5 e 5-10 cm de profundidade, os tratamentos com a dose mais alta de LE, 30 t ha^{-1}, apresentaram os teores mais elevados de As, Cd, Pb e Se. Os tratamentos 20LU e 30LU, em todas as profundidades, apresentaram teores de Ba superiores em comparação aos teores obtidos no tratamento FM. Ainda assim, tal incremento não alterou a qualidade do solo, pela justificativa, que estes teores foram de VRQ.

Nas diferentes profundidades, observou-se que os teores de Ni aumentaram com as doses de LE que há 12,2 anos foram aplicadas no solo, de valores mais altos nos tratamentos com as doses de 20 ou 30 t ha^{-1} de LE em analogia ao tratamento FM ou controle, nas camadas de 0-5, 5-10 e 10-20 cm de profundidade. Este elemento químico está incluso no grupo dos metais pesados, que recentemente foi considerado micronutriente essencial às plantas, por causa do importante papel no processo da hidrólise enzimática da ureia. Contudo, existem poucas informações sobre os fatores que afetam a disponibilidade de Ni no solo, que possivelmente, são os mesmos processos que estão envolvidos na disponibilidade dos outros micronutrientes (DECHEN; NACHTIGALL, 2006).

Em estudo de fracionamento de Cu, Zn, Cd, Cr e Pb, observou-se que houve associação química entre estes metais pesados, com a biodisponibilidade alusiva principalmente com a solubilidade em água e frações trocáveis do solo, as quais, em ordem decrescente,

distribuíram-se da seguinte forma: lábil (solúvel em água + KNO_3 extraível) > orgânica > carbonato > sulfeto > residual, e deve-se destacar o papel do pH na determinação da solubilidade e disponibilidade destes metais pesados nas frações de carbonato e sulfureto (SIVAPATHAM et al., 2014). Teores de As, Cd, Cr, Ni e Pb, após 12 meses de aplicação de lodo de esgoto no solo em doses de 2,5; 5; 10 e 20 t ha^{-1}, revelaram que não houve contaminação do solo com estes metais pesado, pois os valores foram baixos e por causa da forte ligação que tais elementos possuem com as frações do solo (SAMPAIO et al., 2016).

Em experimento de campo, cerca de nove anos após aplicação de lodo de esgoto no solo, observou-se que os teores de Ba, pelo método da USEPA SW-846-3050, aumentaram no solo, mas, estes valores foram inferiores aos valores de prevenção definidos pela resolução N° 375/2006 do CONAMA (NOGUEIRA et al., 2010a). Para esse elemento em questão, observou-se que os teores nos tratamentos com LE foram incrementados em todas as profundidades, contudo, não contaminou o solo, pelo motivo dos valores serem de valores de referência de qualidade.

Quando o lodo de esgoto é reciclado para uso agrícola, os metais pesados oriundos deste resíduo são facilmente retidos pelo solo, mormente, por causa da forte sorção com os óxidos de ferro, alumínio e manganês, matéria orgânica, carbonatos, fosfatos e sulfuretos, que contribuem para manter os metais pesados em formas indisponíveis de longo prazo no solo (BASTA; RYAN; CHANEY, 2005). Apesar disso, a matéria orgânica pode desempenhar papel importante na extração de metais pesados ao longo do tempo, principalmente, à medida que ocorre sua mineralização, dessa maneira, os metais pesados podem se movimentar com mais facilidade e ficar potencialmente mais biodisponíveis no solo (McBRIDE, 1995; WALTER et al., 2002).

Independente da profundidade do solo, não houve diferença entre os tratamentos para os teores de alumínio (Al), com valores variando de 13 a 19 g kg^{-1} (Figura 2.9). Em sistema de talhadia, oito anos após aplicação de LE no solo, entre os tratamentos com lodo de esgoto, adubação mineral e controle não houve diferença para os teores de Al trocável nas camadas de 0-5, 5-10, 20-20 e 20-40 cm de profundidade (FERRAZ, 2013).

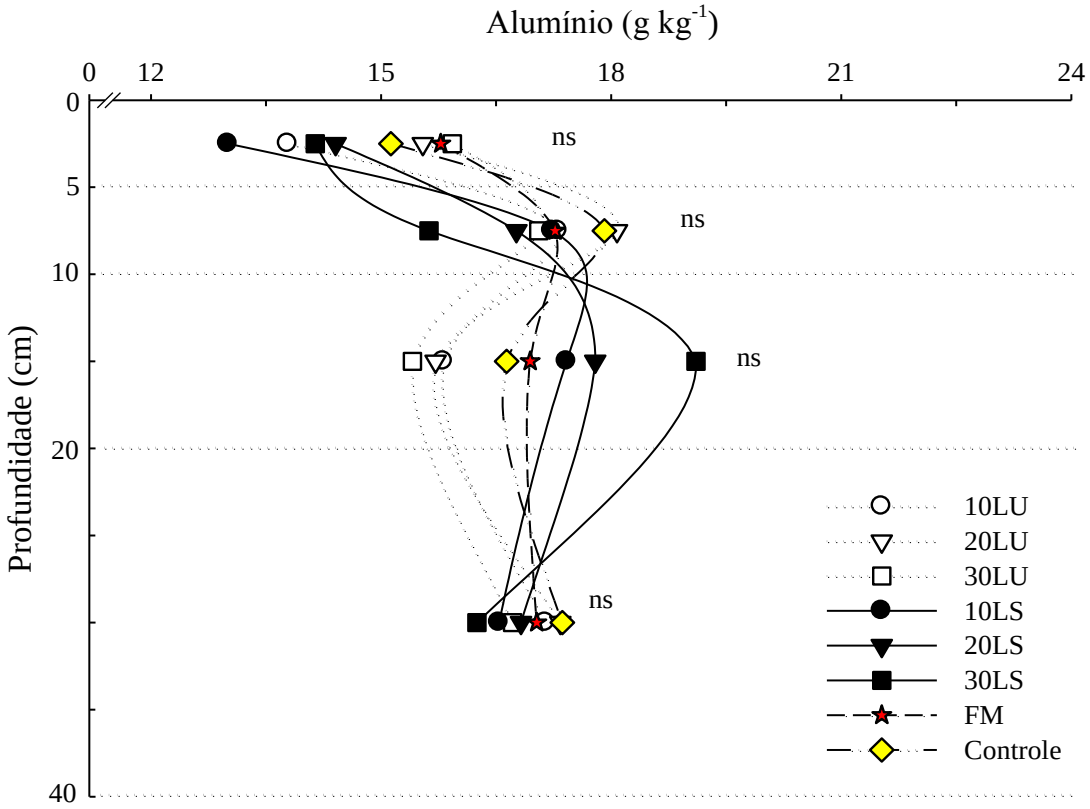

Figura 2.9 - Teores de alumínio nos diferentes tratamentos, aos 44 meses de idade das plantas de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Extração HNO_3+HCl purificado, conforme método SW-846-3050b (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES. Para as médias: barra horizontal = Desvio Mínimo Significativo (DMS) e ns = não significativo, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Estudos recentes, demonstram resultados similares ao desta pesquisa, ou seja, o uso de lodo de esgoto contribuiu à fertilidade do solo, por exemplo, aumento de matéria orgânica, macro e micronutrientes e/ou os teores de metais pesados não ultrapassaram os limites de prevenção para uso agrícola definidos pela legislação brasileira (ANDRADE et al., 2014; COSCIONE et al., 2014; YADA, 2014; MORETTI et al., 2016). Em síntese, foi evidenciado neste estudo que o lodo de esgoto úmido incrementou teores de metais pesados mais elevado que o lodo seco, principalmente, nas camadas superficiais, e diretamente proporcional com o aumento da dose aplicada no solo. No entanto, independente das doses e tipos de lodos, os teores de As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn não evidenciaram contaminação do solo como efeito residual de lodo de esgoto em relação ao manejo com fertilização mineral, além do que, os teores de modo geral ficaram abaixo dos valores de prevenção.

2.3.3 Estado nutricional

2.3.3.1 Folha diagnóstica

Entre a maioria dos tratamentos com LU, LS, FM e controle não houve diferença para as concentrações foliares de N, P, K, Ca, Mg e S, aos 42 meses de idade das plantas de eucalipto e há 12 anos da aplicação do LE no solo, conforme verifica-se na Tabela 2.7.

Tabela 2.7 - Concentração de macronutrientes na folha diagnóstica das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 42 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Tratamento	**N**	**P**	**K**	**Ca**	**Mg**	**S**
	---------- g kg^{-1} ----------					
10LU	13 ab	1,0	5,9 a	6,3 c	2,0 b	1,5
20LU	15 ab	1,1	5,5 a	6,9 bc	1,8 b	1,2
30LU	15 ab	1,2	5,8 a	7,8 b	1,9 b	1,3
10LS	18 a	1,1	6,2 a	7,1 bc	2,0 b	1,5
20LS	14 ab	1,1	6,1 a	8,4 ab	2,0 b	1,4
30LS	14 ab	1,2	5,9 a	9,8 a	2,0 b	1,4
FM	10 b	1,0	5,6 a	5,9 c	2,9 a	1,4
Controle	8 b	1,0	4,0 b	6,1 c	2,2 b	1,2

Nota: Para cada elemento (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12 anos. Digestão sulfúrica para N e nítrico-perclórica para os demais elementos, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES, exceto N, que foi determinado em colorímetro.

Com base nos limites de concentrações foliares adequada à cultura do eucalipto (GONÇALVES, 1995), observou-se que as quantidades de N, P e Ca na folha diagnóstica dos tratamentos com LU e LS estiveram na faixa considerada adequada. Porém, com relação a estes mesmos nutrientes no tratamento FM apenas P apresentava valor adequada. Em todos os tratamentos as concentrações de K e Mg foram deficientes. Para S apenas os tratamentos 10LU e 10LS apresentaram valores na faixa adequada, embora, para os demais tratamentos os valores destes nutrientes ficaram próximo da faixa adequada. Ademais, no tratamento controle a faixa adequada foi observada apenas para P e Ca.

A concentração de N na folha diagnostica oscilaram entre 8 a 18 g kg^{-1}, no entanto, somente no tratamento 10LS observou-se quantidade superior em alusão ao tratamento FM e controle, de 18, 10 e 8 g kg^{-1}, respectivamente. Para P e S as concentrações foliares, em todos os tratamentos, variaram de 1,0 a 1,2 e 1,2 a 1,5 g kg^{-1}, reciprocamente. No tratamento controle observou-se que a concentração foliar de K foi inferior as quantidades constatadas nos tratamentos com LU, LS e FM. Este nutriente em questão, independente do tratamento, os valores variaram de 4,0 a 6,2 g kg^{-1}. Os resultados das concentrações foliares de Ca mostraram que os tratamentos 30LU, 20LS e 30LS apresentaram valores superiores em confronto com os tratamentos de fertilização mineral e controle. No tratamento FM a concentração foliar de Mg foi superior em relação as quantidades obtidas nos tratamentos com LU, LS e controle.

Em plantação de *Eucalyptus grandis*, aos 18 meses de idade e na primeira rotação de cultivo, não foram observadas diferenças entre os tratamentos com LE e FM para as concentrações foliares de N, K e S, no entanto, para os outros macronutrientes dependendo dos tratamentos houve diferença, como de P, Ca e Mg (SILVA et al., 2008). A aplicação de lodo de esgoto em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico contribuiu para incremento de Ca, N, P e S às plantas jovens de eucalipto, aos 12 meses de idade, todavia, reduziu as concentrações foliares de Mn e Mg (GUEDES et al., 2006). Em plantações florestais, na fase inicial de crescimento das mudas, ou antes do fechamento da copa, a nutrição das plantas é mais dependente das condições ambientais e da fertilidade do solo (GONÇALVES, 2010). Por outro lado, quando ocorre o fechamento da copa, a ciclagem bioquímica passa a suprir com mais eficiência a nutrição, tal como redistribuição de nitrogênio de tecidos mais velhos para tecidos em formação, principalmente, com o crescimento da planta ou de longo prazo (VELASCO-MOLINA et al., 2006). Os nutrientes adicionados ao solo via fertilização mineral são mais rapidamente disponíveis e assimilados pelas plantas, em contrapartida, os oriundos de lodo de esgoto, utilizado em áreas agrícolas, são liberados mais lentamente, como a extração de fósforo pelas plantas de eucalipto, que começou a ser mais incrementado um ano após a aplicação do resíduo no solo (GUEDES; POGGIANI, 2003).

De forma geral, observou-se que entre os tratamentos com aplicação de lodo, fertilização mineral e controle houve diferença para concentrações B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al na folha diagnóstica (Tabela 2.8). Porém, as concentrações de molibdênio (Mo), independente do tratamento, foram inferiores ao limite de determinação do método analítico utilizado, de 0,1 mg kg^{-1}, quantificada por ICP-OES.

Tabela 2.8 - Concentração de micronutrientes e alumínio na folha diagnóstica das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 42 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Tratamento	**B**	**Cu**	**Fe**	**Mn**	**Zn**	**Al**
	---------- mg kg^{-1} ----------					
10LU	25 abc	11 a	68 a	557 ab	23 abc	99 ab
20LU	22 abc	11 a	77 a	464 b	21 abc	112 a
30LU	17 c	11 a	57 ab	521 b	28 abc	71 ab
10LS	26 ab	10 ab	61 ab	523 b	30 ab	83 ab
20LS	22 abc	10 ab	64 ab	547 ab	30 ab	84 ab
30LS	19 bc	11 a	53 ab	485 b	32 a	74 ab
FM	30 a	7 c	55 ab	534 ab	18 c	74 ab
Controle	17 c	8 bc	42 b	671 a	19 bc	51 b

Nota: Para cada elemento (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

Com base nestes resultados, nos diferentes tratamentos com LE, FM e controle, verificou-se que as concentrações para Cu e Mn foram consideradas adequadas para a nutrição mineral das plantas de eucalipto. Mas, as concentrações de B, Fe e Zn foram deficientes, conforme limites definidos por Gonçalves (1995), embora o tratamento FM apresentou concentração de B superior as quantidades constatadas nos tratamentos 30LU, 30LS e controle. Entre os tratamentos com as doses de LU ou LS não foram observadas diferenças para as concentrações foliares de Cu, Fe, Mn e Zn. Para estes mesmos micronutrientes, não houve diferença entre os tratamentos FM e controle. Todavia, estes mesmos tratamentos apresentaram concentrações de Cu e Zn inferiores aos valores obtidos nos tratamentos com LU ou LS.

A provável explicação para maior concentração de Zn e Cu nos tratamentos com LE pode ser decorrente do menor pH do solo, maior teor de Zn e Cu no solo, respectivamente, e quantidade mais elevada de matéria orgânica e CTC do solo, conforme apresentado na Figuras 2.5 e 2.7. De modo complementar, tendo como referencial, que em pH mais baixo ocorre maior disponibilidade de Cu e Zn (DECHEN; NACTHTIGAL, 2006) e com a mineralização da matéria orgânica estes nutrientes ficam mais disponíveis para a nutrição vegetal que, contribui para incremento no solo e maior absorção pelas plantas (KABATA-PENDIAS, 2011). Em parcelas experimentais de *Eucalyptus grandis* foi evidenciado que as concentrações foliares de Zn nos tratamentos com LE foram superiores as quantidades obtidas nos tratamentos com adubação mineral e controle, acima de tudo, nos tratamentos com as doses mais altas de LE,

porém, as concentrações de Mn na folha foi mais elevada no tratamento controle (SILVA et al., 2008). Problemas com toxicidade com Mn pode ocorrer quando os valores ficam acima de 675 mg kg^{-1}, e abaixo desse nível crítico dificilmente observa-se deficiência mineral (WADT; NOVAIS, 1997). Nestas circunstâncias, observou-se que o efeito residual de lodo de esgoto aplicado no solo há cerca de 12 anos contribuiu para aumentar à nutrição mineral das plantas de eucalipto, uma vez que os resultados obtidos nos tratamentos com LE apresentaram concentrações de Mn abaixo do nível fitotóxico e na faixa adequada para a nutrição.

Os tratamentos com LU, LS e FM apresentaram valores de Al na folha oscilando entre 74 a 112 mg kg^{-1}. Adicionalmente, observa-se que apenas o tratamento 20LU apresentou concentração foliar de Al superior em relação aos valores do tratamento controle, de 51 mg kg^{-1}. Em solos ácidos, os teores de Al disponível são mais elevados e tem promovido efeitos negativos no crescimento das plantas, principalmente, fitotoxidade em pH abaixo de 5 (PANDA; BALUŠKA; MATSUMOTO, 2009). Apesar do Al ser considerado fitotóxico para a maioria das plantas, podem ser observados efeitos benéficos deste elemento em algumas espécies vegetais, tal como chá, Melastoma e *Quercus serrata* Thunb, apenas, sob certas condições de crescimento (MARSCHNER, 2012).

Não houve diferença entre os tratamentos com as doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1} de LU e LS para as concentrações foliar de Se, Ni, Ba, Pb e Cr (Tabela 2.9). Porém, estes tratamentos apresentaram quantidades foliares de Ni superiores em relação aos tratamentos FM e controle. Para Se, observou-se que somente no tratamento 10LS exibiu concentração inferior no tocante ao tratamento controle. Os tratamentos com as doses de 20 e 30 t ha^{-1} de LE tiveram valores de Ba superiores em comparação ao tratamento FM. Enquanto, nos tratamentos 30LU e 10LS as quantidades de Pb foram maiores que as concentrações obtidas no tratamento FM. Ademais, independente do tratamento, não foi observado concentrações fitotóxicas destes metais pesados na planta, conforme limites definidos por Kabata-Pendias (2011).

Tabela 2.9 - Concentração de metais pesados na folha diagnóstica das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 42 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Tratamento	**Se**	**Ni**	**Ba**	**Pb**	**Cr**
	---------- mg kg^{-1} ----------				
10LU	1,1 ab	13 a	32 ab	0,39 ab	0,34
20LU	1,4 ab	13 a	34 a	0,76 ab	0,33
30LU	1,7 ab	14 a	39 a	0,84 a	0,31
10LS	0,9 b	11 a	31 ab	0,87 a	0,34
20LS	1,5 ab	12 a	38 a	0,75 ab	0,32
30LS	1,2 ab	14 a	37 a	0,61 ab	0,35
FM	1,2 ab	3 b	18 b	0,24 b	0,32
Controle	2,0 a	4 b	35 a	0,28 ab	0,31

Nota: Para cada elemento (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

As concentrações foliares para Co, As e Cd em todos os tratamentos (LU, LS, FM e controle) foram inferiores a 0,1 mg kg^{-1}, limite de determinação do método analítico utilizado, quantificado por ICP-OES. Em LATOSSOLO AMARELO Distrófico as concentrações de Cd, Cr, Ni e Pb nas plantas foram inferiores aos limites de determinação do método analítico empregado, embora, no solo foram detectados aumento nos teores para maioria destes metais pesados com a aplicação de lodo de esgoto por ocasião de plantio (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001a).

Os valores de Ni nos tratamentos com LE variaram de 11 a 14 mg kg^{-1} e nos tratamentos FM e controle foi de 3 e 4 mg kg^{-1}, respectivamente. Este elemento, além de pertencer ao grupo dos metais pesados, é essencial as plantas (DECHEN; NACHTIGALL, 2006; MARSCHNER, 2012; EPSTEIN; BLOOM, 2006; WIEDENHOEFT, 2006). Embora, as plantas praticamente nunca apresentam deficiência de Ni ou os teores no solo não limitam o crescimento vegetal (WIEDENHOEFT, 2006). Em plantio de eucalipto, aos 55 meses de idade, fertilizado com diferentes doses de LE, observou-se que as concentrações foliares de Ni foram maiores com aumento da dose de LE aplicada no solo, indicando proporcionalidade entre as concentrações fitodisponíveis na planta e os teores disponíveis no solo (VELASCO-MOLINA et al., 2006).

Avaliando a concentração de metais pesados em cinco espécies de plantas lenhosas (*Terminalia arjuna, Prosopis juliflora, Populus alba, Eucalyptus tereticornis e Dendrocalamus strictus*), cultivadas em área com resíduos orgânicos, observou-se que os maiores valores comportaram-se da seguinte forma: Fe > Cr > Mn > Pb > Zn > Cu > Cd > Ni e a concentração na planta aumentou proporcionalmente com a idade (BOURIOUG et al., 2014). Resultado oposto, demonstrou que o uso de lodo de esgoto em povoamento florestal incrementou as concentrações foliares de As, Cd, Cr, Ni, e Pb, com maiores valores aos 6 meses de idade em comparação as concentrações observadas na idade de 12 meses, possivelmente em razão das plantas mais velhas terem acumulado maiores quantidades destes metais pesados no sistema radicular ou a disponibilidade dos elementos estavam baixa no solo (SAMPAIO et al., 2016).

Resumidamente, neste estudo, foi observado que o lodo de esgoto úmido ou lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1} aplicado no solo há 12,2 anos por ocasião de plantio das mudas de eucalipto, em faixa cerca de 50 cm, exerceu efeito residual positivo para nutrição mineral. Em especial, para aumento das concentrações foliares de Ca, Cu e Zn. Além disso, as concentrações foliares de As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn em relação ao manejo com fertilização mineral não evidenciaram toxidez para o crescimento das plantas.

2.3.3.2 Compartimentos aéreos

As concentrações de macronutrientes nos compartimentos do lenho, casca, galho e folha nos tratamentos com lodo de esgoto (LU e LS), fertilização mineral (FM) e controle relativa as plantas de eucalipto da terceira rotação de cultivo, aos 45 meses de idade, e lodo de esgoto aplicado há 12, 2 anos no solo podem ser observadas na Tabela 2.10. De modo geral, as concentrações independentemente dos tratamentos com LU, LS, FM ou controle foram baixas nos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto. Outrossim, observou-se que as concentrações de N, P, K, Mg e S foram mais elevadas nas folhas, e as quantidades mais altas de Ca foram constatadas na casca, com valores variando de 9 a 12 mg g kg^{-1}.

Tabela 2.10 - Concentração de macronutrientes nos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos (Trat), aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat	**N**	**P**	**K**	**Ca**	**Mg**	**S**	**N**	**P**	**K**	**Ca**	**Mg**	**S**
	---------- g kg^{-1} ----------											
	---------- Lenho ----------						---------- Casca ----------					
10LU	0,79 ab	0,08	0,58 ab	0,05	0,05	0,07	2,6	0,48 bc	4,2 ab	9	1,0 b	0,3
20LU	0,47 c	0,09	0,60 ab	0,06	0,04	0,15	1,7	0,68 a	4,3 a	10	1,2 b	0,4
30LU	0,51 bc	0,08	0,56 ab	0,17	0,04	0,13	1,8	0,60 ab	3,7 b	12	1,2 b	0,4
10LS	0,70 abc	0,06	0,56 ab	0,07	0,04	0,07	2,6	0,60 ab	4,1 ab	10	1,3 ab	0,5
20LS	0,75 ab	0,10	0,53 ab	0,19	0,04	0,08	2,1	0,58 ab	4,0 ab	12	1,1 b	0,5
30LS	0,47 c	0,14	0,56 ab	0,16	0,05	0,21	2,1	0,68 a	3,6 b	14	1,4 ab	0,2
FM	0,84 a	0,07	0,65 a	0,14	0,08	0,09	2,3	0,39 c	3,6 b	10	1,8 a	0,3
Controle	0,91 a	0,09	0,40 b	0,10	0,06	0,12	2,5	0,39 c	2,7 c	9	1,3 ab	0,4
	---------- Galho ----------						---------- Folha ----------					
10LU	2,7	0,4 b	2,2	2,3	0,5	0,2	17	1,12 ab	6,2 ab	5,5	1,9 ab	1,2
20LU	2,7	0,6 ab	2,2	2,8	0,5	0,4	13	1,15 ab	6,3 a	5,9	1,7 b	1,2
30LU	2,7	0,7 ab	2,2	2,7	0,5	0,2	14	1,22 a	5,6 ab	6,3	1,8 b	1,4
10LS	3,1	0,6 ab	2,4	2,6	0,5	0,3	15	1,08 ab	5,9 ab	5,4	1,7 b	1,2
20LS	3,5	0,8 a	2,5	3,5	0,5	0,3	14	1,05 ab	5,8 ab	6,7	1,6 b	1,4
30LS	2,9	0,5 ab	1,5	2,6	0,5	0,2	14	1,15 ab	5,4 ab	6,9	1,7 b	1,2
FM	2,9	0,4 b	2,2	2,0	0,6	0,3	15	1,03 ab	5,5 ab	4,6	2,4 a	1,1
Controle	2,7	0,4 b	1,4	2,2	0,5	0,3	13	1,00 b	4,7 b	6,3	1,9 ab	1,3

Nota: Para cada elemento e compartimento aéreo (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Digestão sulfúrica para N e nítrico-perclórica para os demais elementos, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES, exceto N, que foi determinado em colorímetro.

Tais resultados, demonstram que no lenho as concentrações foram baixas, mesmo assim, os tratamentos 20LU, 30LU e 30LS apresentaram valores inferiores para N em comparação as quantidades constatadas no tratamento FM ou controle, com valores variando entre 0,47 a 0,91 g kg^{-1}. No compartimento casca, observou-se diferença entre os tratamentos para as concentrações de P, K e Mg, com valores de 0,4 a 0,7; 2,7 a 4,3 e 1,0 a 1,8 g kg^{-1}, respectivamente. Em geral, na casca, os tratamentos com LE apresentaram concentrações superiores de P e K e inferiores de Mg, em todos os tratamentos com LU e 20LS, em relação as quantidades examinadas nos tratamentos FM e controle, nessa ordem. Independente do compartimento aéreo da planta observou-se que as menores concentrações de K foram encontradas no tratamento controle, refletindo a omissão de K deste tratamento.

No galho, ficou claro que os tratamentos com LE não proporcionaram aumento nas concentrações dos macronutrientes, com exceção do P, no tratamento 20LS, o qual apresentou valor superior ao tratamento FM ou controle. A folha foi o compartimento que apresentou as maiores concentrações de N, P, K, Mg e S. Porém, tais concentrações não apresentaram ampla variação dentre os tratamentos. Neste compartimento em questão, não houve diferença para a concentração foliar de Ca e S entre os tratamentos, com valor variando de 4,6 a 6,9 e 1,1 a 1,4 g kg^{-1}, respectivamente.

O uso de lodo de esgoto em plantação florestal, aplicado em diferentes doses no solo, contribuiu para nutrição da planta, pois proporcionou aumento das concentrações de Ca, N, P, S, em contrapartida ocorreram diminuições das quantidades de Mn e Mg em plantas jovens de eucalipto (GUEDES et al., 2006). Em povoamento de eucalipto com 12 meses de idade, observou-se que alguns tratamentos com LE apresentaram concentrações de P na casca e folha superiores em relação aos tratamentos com FM e controle. Tal resultado foi justificado pela maior quantidade de P adicionado ao solo via lodo de esgoto e, também, à sua lenta disponibilidade para a planta, principalmente à medida que ocorre a mineralização da matéria orgânica (FERRAZ, 2013). As concentrações de nutrientes nos compartimentos da planta, dependendo do elemento, variam com a idade do indivíduo, por exemplo, o Mg é essencialmente mais acumulado na fase inicial de desenvolvimento, aos 12 meses de idade, e mais concentrado no compartimento da casca e folha, nessa ordem, enquanto o P e o Ca sofrem poucas mudanças de longo prazo (LACLAU; BOUILLET; RANGER, 2000).

Concentração maior que 0,1 mg kg^{-1} não foi encontrada para Mo nos compartimentos da planta pertencentes aos tratamentos com LE, FM ou controle. Ao contrário, foi observada para B, Cu, Fe, Mn e Zn e Al, conforme Tabela 2.11. Nos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto, de modo geral observa-se que as maiores concentrações de B, Fe e Mn foram obtidas na folha; de Cu no galho e folha; de Zn na folha, casca e galho; e de Al na folha e casca. No lenho, não houve diferença entre os tratamentos com LU, LS e FM para as concentrações de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al, exceto o tratamento 30LU que foi superior ao FM, de 17 mg kg^{-1}.

Tabela 2.11 - Concentração de micronutrientes e alumínio nos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat.	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Al	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Al
	mg kg^{-1}											
	Lenho						Casca					
10LU	3,0	1,3 b	14	18 ab	12 ab	24	11	3,0	57	306	18 ab	79 abc
20LU	2,8	1,3 b	13	13 b	13 ab	30	11	3,4	43	363	22 ab	84 abc
30LU	3,0	1,3 b	11	13 b	17 a	42	10	3,1	43	387	25 a	68 bc
10LS	2,7	1,1 b	9	13 b	11 ab	25	10	3,3	36	354	19 ab	58 c
20LS	3,3	1,2 b	9	10 b	12 ab	33	11	3,8	49	356	22 ab	73 abc
30LS	3,0	1,2 b	9	13 b	14 ab	56	10	3,4	45	295	23 a	60 c
FM	2,9	1,3 b	11	19 ab	8 b	15	11	3,2	58	417	18 ab	98 ab
Controle	3,2	1,9 a	18	31 a	6 b	17	10	3,2	76	439	15 b	115 a
	Galho						Folha					
10LU	7,3	13	21 b	225 ab	16 abc	56 ab	22	9	81	457	18 abc	82
20LU	7,6	14	34 a	252 ab	25 a	52 abc	21	10	86	477	21 ab	99
30LU	7,5	13	26 ab	287 ab	22 ab	47 abc	20	10	83	510	20 abc	84
10LS	7,4	12	23 ab	263 ab	16 abc	29 c	22	10	76	408	22 a	74
20LS	8,3	13	31 ab	283 ab	22 ab	49 abc	22	10	88	438	23 a	86
30LS	6,8	12	24 ab	206 b	20 abc	70 a	20	10	81	446	23 a	90
FM	7,4	11	20 b	234 ab	12,1 bc	42 bc	27	7	76	443	16 bc	89
Controle	7,1	14	24 ab	345 a	11 c	61 ab	21	9	89	536	15 c	87

Nota: Para cada elemento e compartimento aéreo (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

Na casca, entre os tratamentos com LE, FM e controle não houve diferença para concentração de micronutrientes, exceto nos tratamentos com a dose mais alta de LE, 30LU e 30LS, pela razão de terem apresentados concentrações de Zn superiores ao controle. Ainda neste compartimento, a aplicação de LE promoveu diminuição nas concentrações de Al, comparativamente ao controle, destacando-se os tratamentos 30LU, 30LS e 10LS. Ademais, observa-se que as amostras NIST evidenciaram que as concentrações deste elemento foram subestimadas, embora os valores determinados apresentaram desvio padrão com valores próximos dos valores certificados pelo NIST.

No galho, verificou-se que o tratamento 20LU apresentou concentrações de Fe e Zn superiores quanto aos valores obtidos no tratamento FM, apesar de que, entre os tratamentos com LE e FM não houve diferença para os outros micronutrientes. Novamente neste compartimento, foi possível observar que apenas o tratamento 30LS apresentou concentração de Al superior ao tratamento FM. As maiores concentrações de Mn nos compartimentos da planta (lenho, casca, galho e folha) foram observadas no tratamento controle, evidenciando que o lodo de esgoto pode ter exercido efeito residual negativo no acúmulo deste nutriente na planta.

No compartimento folha, observou-se que dentre os micronutrientes (Tabela 2.11) o efeito residual de LE aplicado no solo há 12,2 anos foi significativo somente para aumento da concentração de Zn, principalmente nos tratamentos com LS, pelo fato de apresentarem concentrações mais elevadas em relação as obtidas no tratamento FM e controle, com valor de 16 e 15 mg kg^{-1}, respectivamente. Porém, neste compartimento, não houve diferença entre os tratamentos com LU e LS para as concentrações de Zn, que variaram de 18 a 23 mg kg^{-1}. Ainda no compartimento folha, observou-se que entre os tratamentos com LU, LS, FM e controle não houve diferença para as concentrações de Al, que variaram de 74 a 99 mg kg^{-1}.

Em povoamento jovem de eucalipto, igualmente, foi observado que o tratamento controle possuiu as maiores concentrações de Mn, provavelmente em razão da alta afinidade do nutriente pela matéria orgânica do solo e, consequentemente, à formação de complexos organominerais mais estáveis e pouco solúveis (FERRAZ, 2013). A aplicação de lodo de esgoto em CAMBISSOLO HÁPLICO contribuiu para o fornecimento de micronutrientes às plantas, sobretudo, de Zn e Cu nas folhas, além disso, a concentração na planta aumentou linearmente com a dose de lodo de esgoto (NASCIMENTO et al., 2014).

Na Tabela 2.12 observa-se as concentrações para Se, Ni, Ba, Pb, Cr e Co nos compartimentos da planta de eucalipto, aos 45 meses de idade, e efeito residual do LE aplicado no solo há 12,2 anos. Tais resultados, independente do tratamento (LU, LS, FM ou controle), não foram considerados fitotóxicos na planta, conforme valores fixados por Kabata-Pendias (2011). Além disso, não foi encontrado concentração maior que 0,1 mg kg^{-1}, limite de determinação do método analítico utilizado, para Cr e Co no lenho, galho e folha e de As e Cd em todos os compartimentos da planta.

No lenho, casca, galho e folha entre os diferentes tratamentos com LU, LS, FM e controle não houve diferença para as concentrações de Se. Ao contrário, nestes mesmos compartimentos, os tratamentos com lodos úmido ou seco apresentaram concentrações de Ni superiores em relação aos valores pertencentes aos tratamentos FM e controle.

Tabela 2.12 - Concentração de metais pesados nos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS=lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat.	**Se**	**Ni**	**Ba**	**Pb**	**Se**	**Ni**	**Ba**	**Pb**	**Cr**	**Co**
	---------- mg kg^{-1} ----------									
	---------- Lenho ----------				---------- Casca ----------					
10LU	0,60	0,28 bc	13 a	2,1	1,6	2,1 bc	70 a	1,7 a	0,37	0,24 ab
20LU	0,60	0,57 ab	12 ab	2,3	1,0	3,4 a	67 ab	1,5 ab	0,36	0,25 ab
30LU	0,50	0,74 a	11 ab	2,2	1,5	3,4 a	59 abc	1,4 ab	0,40	0,38 a
10LS	0,90	0,36 abc	10 bc	1,9	1,4	2,6 ab	53 abc	1,4 ab	0,30	0,24 ab
20LS	0,70	0,44 abc	10 bc	2,3	1,8	2,9 ab	56 abc	1,5 ab	0,35	0,31 ab
30LS	0,30	0,58 ab	8 c	2,3	2,0	3,0 ab	46 bc	1,3 b	0,29	0,27 ab
FM	0,70	0,14 c	8 c	2,2	2,2	1,0 d	41 c	1,6 ab	0,40	0,22 ab
Controle	0,70	0,21 bc	12 ab	2,0	1,5	1,6 c	70 a	0,4 c	0,38	0,17 b
	---------- Galho ----------				---------- Folha ----------					
10LU	0,8	2,9 a	37 ab	1,7 ab	1,0	9 a	29 a	2,30 a	...	...
20LU	0,9	4,4 a	40 a	1,8 ab	1,3	13 a	31 a	2,24 ab	...	...
30LU	1,1	4,6 a	40 a	1,7 ab	1,0	13 a	34 a	2,16 abc	...	...
10LS	1,7	3,5 a	33 abc	1,7 ab	1,4	11 a	25 ab	1,91 bc	...	...
20LS	1,0	4,7 a	31 abc	1,7 ab	0,6	12 a	28 ab	1,96 abc	...	...
30LS	0,8	3,4 a	26 bc	1,9 a	0,9	12 a	29 a	1,88 c	...	...
FM	1,0	0,8 b	23 c	1,8 ab	0,4	3 c	14 b	2,20 abc	...	...
Controle	0,8	1,1 b	31 abc	1,4 b	0,6	5 b	31 a	2,04 abc	...	...

Nota: Para cada elemento e compartimento aéreo (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

No lenho, em geral, os tratamentos com LE apresentaram as maiores concentrações de Ni e Ba em referência as quantidades observadas no tratamento FM, com variação em todos os tratamentos de 0,14 a 0,74 e 8 a 12 mg kg^{-1}, respectivamente, embora dentre os tratamentos com LE, apenas o 30LU apresentou concentração de Ni superior ao controle. Ainda em analogia ao lenho, verificou-se que todos os tratamentos com LU apresentaram concentrações de Ba superiores quanto a quantidade obtida no tratamento FM.

Na casca, as concentrações de Cr e Co foram baixas, com valores variando de 0,29 a 0,40 e 0,17 a 0,38 mg kg^{-1}, reciprocamente. As maiores concentrações de Ba foram observadas na casca, com valores entre 41 a 70 mg kg^{-1}, no entanto, os tratamentos com LE não apresentaram concentrações superiores ao tratamento controle. Em alguns tratamentos com LE

houve diferença para as concentrações de Pb na casca, galho e folha. Dentre estes tecidos, os maiores valores de Pb foram obtidos na folha, de 1,9 a 2,3 mg kg^{-1}. Comparando-se os valores de Pb nos tratamentos com LE, FM e controle observou-se: na folha, os tratamentos com LU apresentaram as maiores concentrações, porém, não houve diferença em alusão ao FM ou controle; no galho, apenas o tratamento 30LS foi superior ao controle; e na casca, o tratamento controle apresentou concentração de Pb inferior aos tratamentos com LE ou FM.

Os metais pesados, em geral, podem acumular-se em valores mais altos nas raízes, com baixa redistribuição para as folhas (OLIVEIRA et al., 2005), onde a concentração nos tecidos vegetais tem relação direta com a disponibilidade dos elementos no solo (VAN NEVEL et al., 2007). Alguns eventos básicos quanto aos efeitos dos metais pesados na nutrição das plantas devem-se as mudanças enzimáticas, processo de absorção e redistribuição no metabolismo celular, concentrações e formas de ocorrência, deficiência e toxicidade, competição e interação iônica (KABATA-PENDIAS, 2011). De forma geral, no presente estudo, as concentrações de As, Cd, Se, Ni, Ba, Pb, Cr e Co foram variadas e baixas nos diferentes tecidos da planta, independentemente do tipo e da dose de lodo de esgoto, demonstrando que o efeito residual de lodo de esgoto em relação ao manejo com fertilização mineral quanto a presença destes metais pesados não foi prejudicial à nutrição mineral e não ocasionou fitotoxidade nos tecidos.

Embora, a aplicação de dose alta de lodo de esgoto proporcione rápido e consistente desenvolvimento das plantas, existe a preocupação de contaminação do solo e toxicidade em plantas por metais pesados. Além disso, pode ocorrer transferência em quantidades elevadas de metais pesados para a cadeia alimentar humana (SINGH; AGRAWAL, 2008). Complementarmente, a presença de metais pesados no lodo de esgoto constitui um dos maiores entraves para sua aplicação em solos agrícolas, mas foi demonstrado que na planta as concentrações de Cd, Cr, Ni e Pb estiveram abaixo do limite de detecção do método analítico utilizado, indicando que o efeito residual de lodo de esgoto quanto a presença destes elementos não ocasionou toxidez nos tecidos vegetais (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001). Diante deste contexto, o aproveitamento de lodo de esgoto para fertilização de povoamentos florestais pode ser uma alternativa de reciclagem, pois o produto madeira em geral não está inserido diretamente na cadeia alimentar humana, e neste estudo evidenciou-se que as quantidades de metais pesados nos tecidos celulares não foram prejudiciais ao crescimento vegetal.

2.3.3.3 Folhedo depositado

Na biomassa seca de folhedo transferida para o solo das plantas de eucalipto, durante quatro semestres, de 21 a 45 meses de idade, entre a maioria dos tratamentos com LU, LS, FM e controle houve diferença na concentração de N, P, K, Ca e Mg. Nestes mesmos tratamentos não ocorreu diferença para as concentrações de S em todos os períodos de monitoramento (Tabela 2.13).

Tabela 2.13 - Concentração de macronutrientes na biomassa de folhedo acumulada semestralmente das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat.	N	P	K	Ca	Mg	S	N	P	K	Ca	Mg	S
	g kg^{-1}											
	Período Chuvoso I (out/13 a mar/14)						Período Seco I (abr/14 a set/14)					
10LU	4,8	0,23	1,5 a	8,5 c	1,5 b	0,78	4,4 ab	0,28 bc	2,0 ab	6,1 c	1,8 b	0,82
20LU	3,7	0,26	1,7 a	9,7 bc	1,4 b	0,80	3,5 ab	0,34 ab	1,8 b	7,2 bc	1,7 b	0,82
30LU	3,2	0,23	1,5 a	10,1 ab	1,4 b	0,86	4,3 ab	0,35 ab	1,9 ab	7,8 ab	1,8 b	0,86
10LS	4,8	0,24	1,7 a	9,6 bc	1,5 b	0,90	2,7 b	0,26 c	2,1 ab	7,2 bc	1,8 b	0,85
20LS	4,8	0,27	1,6 a	10,0 ab	1,5 b	0,86	4,0 ab	0,33 ab	2,0 ab	7,6 ab	1,9 b	0,89
30LS	4,8	0,29	1,6 a	11,3 a	1,6 b	0,91	5,4 ab	0,37 a	1,9 ab	8,5 a	1,8 b	1,10
FM	4,0	0,22	1,8 a	9,3 bc	2,1 a	0,74	4,1 ab	0,20 d	2,2 a	7,0 bc	2,5 a	0,85
Controle	5,4	0,27	0,7 b	9,4 bc	2,0 a	0,73	6,0 a	0,35 ab	1,0 c	6,9 bc	2,1 ab	0,86
	Período Chuvoso II (out/14 a mar/15)						Período Seco II (abr/15 a set/15)					
10LU	4,8	0,33 bc	2,1	5,8 b	1,8 b	0,70	4,5 ab	0,24 c	1,7 a	6,2 c	1,7 bc	0,61
20LU	5,6	0,41 ab	1,8	6,8 a	1,6 b	0,81	4,7 ab	0,33 b	1,7 a	7,1 b	1,6 c	0,69
30LU	5,5	0,38 ab	1,9	7,1 a	1,6 b	1,08	3,7 b	0,36 ab	1,6 a	7,6 b	1,6 c	0,75
10LS	4,4	0,31 bc	1,9	6,6 ab	1,7 b	0,82	4,6 ab	0,30 bc	1,8 a	7,3 b	1,7 bc	0,82
20LS	4,7	0,42 ab	1,7	6,5 ab	1,7 b	0,71	4,0 b	0,34 ab	1,6 a	7,9 b	1,8 bc	0,75
30LS	4,7	0,50 a	1,7	7,1 a	1,7 b	0,90	5,3 ab	0,42 a	1,6 a	8,9 a	1,7 bc	0,88
FM	5,0	0,27 c	1,9	6,3 ab	2,5 a	1,02	5,1 ab	0,25 c	1,3 b	6,1 c	2,4 a	0,66
Controle	5,8	0,32 bc	1,1	6,3 ab	2,0 ab	0,84	6,6 a	0,31 bc	1,0 c	6,2 c	2,0 ab	0,79

Nota: Para cada período (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) foi há 12,5 anos. Digestão sulfúrica para N e nítrico-perclórica para os demais elementos, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES, exceto N, que foi determinado em colorímetro.

De maneira geral, nos diferentes períodos e tratamentos, as maiores concentrações de macronutrientes no folhedo depositado, em ordem decrescente, apresentou-se da seguinte forma: Ca > N > K ≈ Mg > S > P. Para estes mesmos nutrientes, foi observada distribuição análoga de folhedo depositado no solo em plantações de eucaliptos que foram fertilizadas com diferentes doses de lodo de esgoto (GUEDES, 2005; FERRAZ, 2013). Entre os tratamentos com LE e FM não houve diferença para as concentrações de N nos períodos de deposição de folhedo, com valores variando de 3,2 a 4,7; 2,7 a 5,4; 4,4 a 5,6 e 3,7 a 5,3 g kg^{-1} nos Períodos Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II, respectivamente. O tratamento controle apresentou concentração deste nutriente superior em relação às quantidades obtidas nos tratamentos 10LS no Período Seco I, e 30LU e 20LS no Período Seco II. Em povoamento mais jovem de eucalipto e na primeira rotação de cultivo foi observado comportamento equivalente, em decorrência do tratamento controle ter apresentado concentração mais alta de N no folhedo, possivelmente devido à baixa redistribuição do N na árvore ou o nutriente no respectivo tratamento não era o mais limitante para a nutrição mineral da planta (SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011).

As concentrações de P nas folhas caducas das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, nos quatro períodos de coleta, apresentaram valor variando de 0,2 a 0,5 g kg^{-1}. Não obstante, nas doses mais altas de lodo úmido ou lodo seco, verificou-se incremento na concentração de P, principalmente, quando os valores dos tratamentos com os lodos foram comparados com as concentrações do tratamento FM nos Períodos Seco I, Chuvoso I e Chuvoso II. Em plantações florestais de ciclo curto, igualmente, foi demonstrado que os tratamentos com uso de resíduos orgânicos contribuiu para aumento da concentração de P no folhedo depositado, acima de tudo, na idade mais juvenil das plantas (GUO; SIMS, 2002). Ainda com relação à concentração de P, foi evidenciado que nas plantas de eucaliptos submetidas à fertilização com diferentes doses de LE apresentaram maiores concentrações de P na biomassa de folhedo transferida ao solo (FERRAZ, 2013).

Quanto ao K, observou-se nos diferentes períodos que os valores foram de 0,7 a 2,2 g kg^{-1}, no entanto, exclusivamente no Período Seco II os tratamentos com LE apresentaram concentrações mais elevadas em relação ao tratamento com FM, de 1,3 g kg^{-1}. Ademais, verificou-se que o tratamento controle apresentou concentração inferior quanto aos valores constatados nos tratamentos LS, LU e FM, exceto no Período Chuvoso II, porque entre os tratamentos não houve diferença para a concentração de K.

Para a concentração de Ca no folhedo depositado observou-se que nos períodos chuvosos o efeito residual de LE foi inferior em relação aos períodos secos, pois na maioria dos tratamentos com LE em comparação com o tratamento FM e controle houve maior incremento nos períodos com menor precipitação pluviométrica, principalmente, na dose de 30 t ha^{-1} de LS, com 8,5 e 8,9 g kg^{-1} nos Períodos Seco I e II, respectivamente. Nos períodos monitorados, os tratamentos de LE nas doses mais baixas ou de 10 t ha^{-1} não se diferenciaram em analogia aos valores dos tratamentos FM e controle para as concentrações de Ca, com exceção do tratamento 10LS, no Período Seco II, que teve valor mais alto, de 7,3 g kg^{-1}.

Quanto aos resultados para concentração de Mg no folhedo depositado foi observado que nos diferentes tratamentos com LE os valores foram inferiores ao tratamento com fertilização mineral, em todos os períodos chuvosos ou secos. Entre os tratamentos com LU, LS, FM e controle em qualquer período de monitoramento de folhedo depositado no solo as concentrações de S variaram de 0,6 a 1,1 g kg^{-1}. Em povoamento de *Eucalyptus grandis*, na idade de 12 a 36 meses, foi observado que no tratamento com FM as concentrações de Ca e Mg foram superiores as quantidades encontradas nos tratamentos com a dose de 10 t ha^{-1} de LE e controle, provavelmente, decorrente da maior disponibilidade destes nutrientes no solo, ocasionada pela aplicação de calcário dolomítico na fase de preparo do solo, por outro lado, em tais tratamentos não foram observadas diferenças para as concentrações de P e S (SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011).

Entre os tratamentos com LE, de forma geral, não houve diferença para as concentrações de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al no folhedo depositado. Apesar disso, entre os tratamentos com LU, LS, FM e controle, dependendo do período de avaliação, existiram diferenças para as concentrações destes nutrientes no folhedo depositado. As exceções foram os nutrientes Fe, Zn e Al; Fe e Zn; Fe e Mn; Fe e Al, nos Períodos Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II, respectivamente (Tabela 2.14). Enquanto, nos diferentes tratamentos as concentrações de Mo foram inferiores a 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de quantificação do método analítico por ICP-OES.

Tabela 2.14 - Concentração de micronutrientes e alumínio na biomassa de folhedo acumulada semestralmente das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha-1, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat.	**B**	**Cu**	**Fe**	**Mn**	**Zn**	**Al**	**B**	**Cu**	**Fe**	**Mn**	**Zn**	**Al**
	---------- mg kg^{-1} ----------											
	---------- Período Chuvoso I ---------- (out/13 a mar/14)						---------- Período Seco I ---------- (abr/14 a set/14)					
10LU	24 b	5,5 b	187	962 abc	12	299	21 abc	4,5 b	167	646 abc	10	258 ab
20LU	22 b	5,4 b	202	774 bc	14	303	18 c	4,5 b	168	528 abc	9	278 a
30LU	21 b	5,2 b	197	782 bc	15	301	20 bc	4,6 b	168	536 abc	10	277 a
10LS	25 ab	5,1 b	180	855 abc	14	284	24 ab	4,1 b	164	543 abc	10	257 ab
20LS	22 b	4,8 b	181	749 c	12	276	21 abc	4,2 b	158	514 bc	10	241 ab
30LS	22 b	5,4 b	179	691 c	17	279	20 bc	4,7 b	157	459 c	13	249 ab
FM	29 a	5,2 b	202	1055 ab	11	298	25 a	4,6 b	161	762 ab	8	252 ab
Controle	23 b	8,2 a	201	1164 a	10	279	21 abc	8,3 a	150	765 a	9	218 b
	---------- Período Chuvoso II ---------- (out/14 a mar/15)						---------- Período Seco II ---------- (abr/15 a set/15)					
10LU	27 ab	6,6 abc	161	421	12 abc	263 ab	29 b	9,5 a	175	463 c	13 c	271
20LU	24 b	7,3 ab	191	444	9 c	306 a	25 b	10,0 a	171	503 bc	19 abc	267
30LU	24 b	6,8 abc	181	435	12 abc	276 ab	25 b	9,7 a	173	510 bc	15 abc	257
10LS	28 ab	6,1 bc	181	483	10 bc	269 ab	30 b	8,8 a	169	554 abc	16 abc	266
20LS	26 ab	5,4 c	168	429	16 a	232 b	27 b	8,5 ab	164	573 ab	22 abc	257
30LS	23 b	7,0 abc	179	405	15 a	236 b	27 b	9,4 a	165	508 bc	23 a	266
FM	31 a	5,5 c	173	482	10 bc	269 ab	38 a	6,4 b	176	487 bc	14 bc	250
Controle	22 b	8,1 a	156	544	11 bc	233 b	27 b	9,3 a	143	631 a	13 c	221

Nota: Para cada elemento (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) foi há 12,5 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

Independente do período de monitoramento, as maiores concentrações dos micronutrientes na biomassa de folhedo transferida para o solo apresentaram-se na seguinte ordem decrescente: Mn > Fe > B > Zn > Cu > Mo e a concentração de Al foi inferior somente ao Mn. Em povoamento clonal de eucalipto fertilizado com doses de 15 t ha^{-1} de LE fornecido por estações de tratamento de esgoto da região metropolitana de São Paulo-SP, observou-se resultados semelhantes para as concentrações destes micronutrientes no folhedo depositado sobre o solo (FERRAZ, 2013).

Na dose mais baixa de LE, de 10 t ha^{-1}, os tratamentos 10LU e 10LS em geral não apresentaram diferenças simétricas para as concentrações de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al observadas no tratamento FM, com exceção das concentrações de B no Período Chuvoso I e Seco II, que foi inferior nos tratamentos com LE, e Cu no Período Seco II, que foi superior nos tratamentos com LE em relação ao tratamento FM. As concentrações de Zn no folhedo depositado variaram de 10 a 17; 8 a 13; 10 a 17 e 13 a 23 mg kg^{-1} nos Períodos Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II, respectivamente, com valor superior nos tratamentos 20LS e 30LS em comparação as quantidades obtidas nos tratamentos FM e controle, no Período Chuvoso II, e somente, no tratamento 30LS no Período Seco II, reciprocamente. Pesquisas têm evidenciado que os tratamentos com uso de lodo de esgoto apresentaram concentrações mais altas de Zn nas folhas caducas em referência as quantidades obtidas nos tratamentos com fertilização mineral e controle (GUEDES, 2005; FERRAZ, 2013).

Na Tabela 2.15, observa-se para os diferentes tratamentos as concentrações de metais pesados na biomassa de folhedo depositado no solo a cada seis meses de monitoramento. Na análise química desse componente vegetal, as concentrações para As, Co e Cd foram abaixo de 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de determinação do método analítico por ICP-OES. Em tais resultados, as maiores concentrações, em ordem decrescente, no folhedo foram distribuídas da seguinte maneira: Ba > Ni > Se > Pb > Cr > As ≈ Co ≈ Cd.

Nestes resultados, independente da época de acompanhamento, verificou-se que entre os tratamentos de LE, FM e controle não houve diferença para a concentração de Se no folhedo depositado. Em contrapartida, os tratamentos com LE apresentaram diferenças superiores de Ni em relação aos valores obtidos nos tratamentos com FM e controle, com médias variando de 10 a 15; 4 a 5; e 5 a 6 mg kg^{-1} nos tratamentos com LE, FM e controle em todos os períodos, respectivamente. A provável explicação deste resultado pode ser decorrente da baixa redistribuição de Ni na planta e de concentrações mais elevadas do nutriente nas folhas dos tratamentos com LU ou LS, conforme apresentado na Figura 2.12. A concentração de Ni nas plantas parece ser altamente dependente das propriedades do solo (KABATA-PENDIAS, 2011). Paiva et al. (2003) encontraram que as maiores concentrações de Ni, em ordem decrescente, apresentaram a seguinte distribuição na planta: raíz > caule > folha, ao qual justificaram que os valores mais elevados foram obtidos nos tratamentos que possuíam as maiores quantidades do nutriente prontamente disponível no solo.

Tabela 2.15 - Concentração de metais pesados na biomassa de folhedo acumulada semestralmente das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos (Trat). Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Trat	**Se**	**Ni**	**Ba**	**Pb**	**Cr**	**Se**	**Ni**	**Ba**	**Pb**	**Cr**
	---------- mg kg^{-1} ----------									
	---------- Período Chuvoso I ---------- (out/13 a mar/14)					---------- Período Seco I ---------- (abr/14 a set/14)				
10LU	2,4	11 a	56 a	1,28 ab	0,58 a	1,3	11 a	38 a	1,43	0,42
20LU	1,8	13 a	58 a	1,05 ab	0,4 ab	1,9	12 a	43 a	0,50	0,43
30LU	2,6	13 a	56 a	1,36 a	0,47 ab	2,5	12 a	42 a	0,85	0,38
10LS	2,4	11 a	54 ab	1,52 a	0,48 ab	1,7	11 a	37 a	0,76	0,34
20LS	2,1	11 a	47 b	1,63 a	0,42 b	1,5	10 a	35 a	0,80	0,33
30LS	2,1	11 a	46 b	1,51 a	0,39 b	1,1	11 a	35 a	1,07	0,30
FM	2,8	4 c	33 c	0,62 bc	0,52 ab	1,9	5 b	24 b	1,37	0,40
Controle	3,3	6 b	58 a	0,29 c	0,60 a	1,9	5 b	42 a	1,23	0,34
	---------- Período Chuvoso II ---------- (out/14 a mar/15)					---------- Período Seco II ---------- (abr/15 a set/15)				
10LU	1,1	10 a	34 a	1,1	0,36	1,8	12 a	34 a	0,68 ab	0,46
20LU	1,4	12 a	39 a	1,0	0,40	1,9	14 a	40 a	0,77 ab	0,48
30LU	1,5	12 a	38 a	1,1	0,36	1,6	15 a	39 a	1,27 ab	0,44
10LS	1,7	11 a	34 a	1,3	0,36	1,8	12 a	36 a	1,19 a	0,42
20LS	1,8	10 a	33 a	1,4	0,43	1,8	12 a	36 a	1,26 a	0,47
30LS	1,9	10 a	37 a	1,5	0,38	2,0	13 a	39 a	0,43 c	0,38
FM	1,7	5 b	22 b	1,5	0,35	2,0	5 b	22 b	0,66 ab	0,44
Controle	1,7	6 b	37 a	1,4	0,38	2,0	6 b	38 a	0,56 bc	0,46

Nota: Para cada elemento (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) foi há 12,5 anos. Digestão nítrico-perclórica, conforme método recomendado por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). O limite analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

Dentre os metais pesados, o Ba foi o elemento que teve maior concentração no folhedo depositado. Porém, os tratamentos com lodo úmido ou lodo seco não apresentaram diferenças para as concentrações deste elemento em relação aos valores obtidos no tratamento controle, em todos os períodos de monitoramento de deposição de folhedo, exceto os tratamentos 20LS e 30LS no Período Chuvoso I, devido terem apresentado concentrações de Ba inferiores ao tratamento controle. Este elemento, em condições de acidez pode ser facilmente absorvido pelas plantas, porém, existem poucos estudos sobre a sua toxicidade, que pode ser controlada através da adição de sais de cálcio, magnésio e enxofre (KABATA-PENDIAS, 2011).

Os tratamentos com LE exibiram maiores concentrações de Pb no folhedo depositado no que se refere as quantidades evidenciadas no tratamento FM, somente, no Período Chuvoso I, nos tratamentos 10LS, 20LS e 30LS e o tratamento 30LU, de 0,48; 0,42; 0,48 e 0,47 mg kg^{-1}, respectivamente. Nas quatro épocas de monitoramento, observou-se que os tratamentos com os lodos não expressaram concentração de Cr superior aos valores obtidos nos tratamentos com FM e controle, com médias de 0,33 a 0,58 mg kg^{-1} nos diferentes tratamentos, nessa ordem.

Em solo arenoso cultivado com plantas de *Eucalyptus grandis*, aos 46 meses de idade, foram obtidos resultados correspondentes ao desta presente pesquisa, em razão dos tratamentos com LE em geral terem apresentado concentrações de metais pesados (Cu, Fe, Zn, Cd, Cr, Ni e Pb) na serapilheira transferida para o solo mais altas proporcionalmente com o aumento das doses que foram aplicadas no solo, pelo motivo destas mesmas doses apresentarem taxas mais elevadas de metais pesados (FIRME, 2009).

2.3.4 Produção

2.3.4.1 Volume de madeira

O modelo ajustado para a estimativa de volume sólido com casca (VOL_{casca}) das plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade e da 3ª rotação de cultivo, apresentou coeficiente de determinação ajustado (R^2ij) alto e uniformidade na distribuição dos resíduos para as variáveis observada e estimada (Figura 2.10). Este mesmo modelo foi utilizado para calcular o VOL_{casca} da plantação de eucalipto aos 30 meses de idade da 3ª rotação.

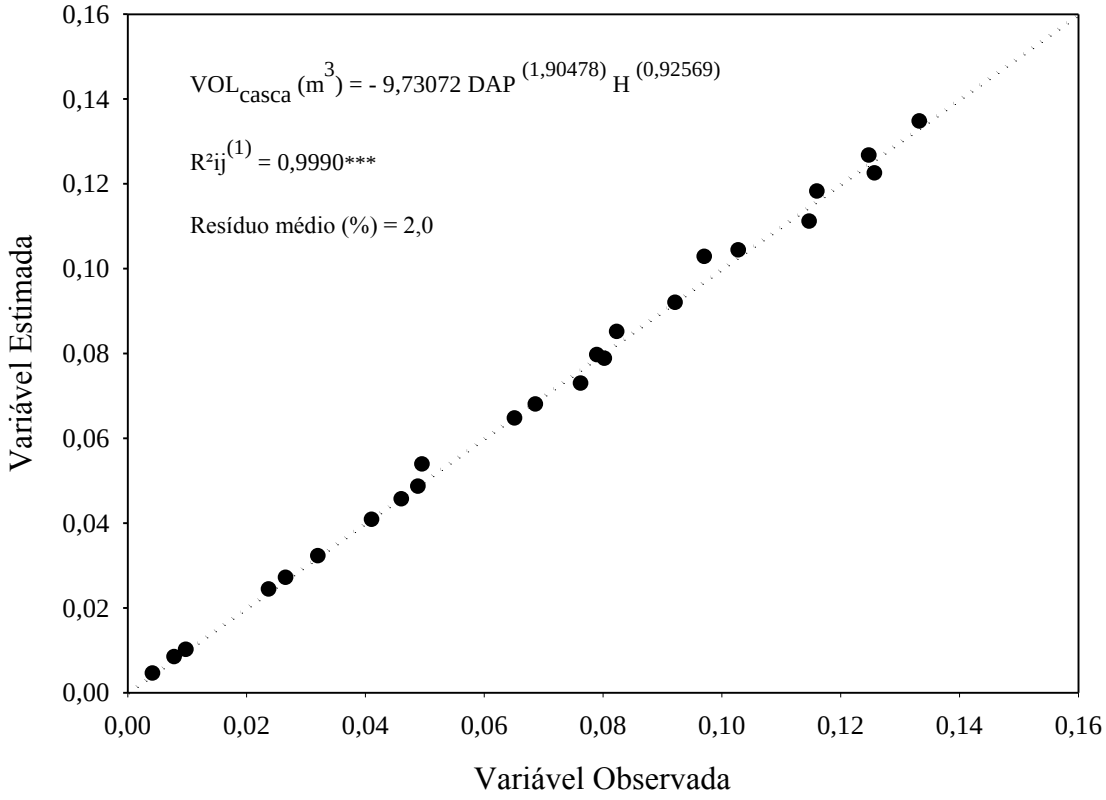

Figura 2.10 - Volume de madeira estimado pelo modelo quadrático linearizado de Schumacher e Hall (1933), através das variáveis observadas, e valores da dispersão média dos resíduos, obtida da plantação de eucalipto aos 45 meses de idade (3ª rotação de cultivo) e lodo de esgoto aplicado ao solo há 12,2 anos. VOL = volume (m^3), DAP = diâmetro a altura do peito (cm), H = altura (m). (1) Coeficiente de determinação ajustado e *** Significância do modelo ($p<0,0001$)

Os tratamentos com lodo de esgoto LU ou LS e fertilização mineral (FM) não apresentaram diferença para a produção de madeira com casca para as plantas de eucalipto da 3ª rotação de cultivo, com volume nestes tratamentos variando de 79 a 91 e 128 a 139 m^3 ha^{-1}, aos 30 e 45 meses de idade, respectivamente. No entanto, estes tratamentos apresentaram maior volume em analogia a produção obtida no tratamento controle, de 29 e 47 m^3 ha^{-1} em cada período, reciprocamente (Figura 2.11). Essa produção, nos tratamentos com LE e FM representa Incremento Médio Anual (IMA) de 32 a 36 e 34 a 37 m^3 ha ano^{-1}, aos 30 e 45 meses de plantio, de modo respectivo. No tratamento controle o IMA aos 30 e 45 meses de idade corresponde a 12 e 13 m^3 ha ano^{-1}, nesta ordem.

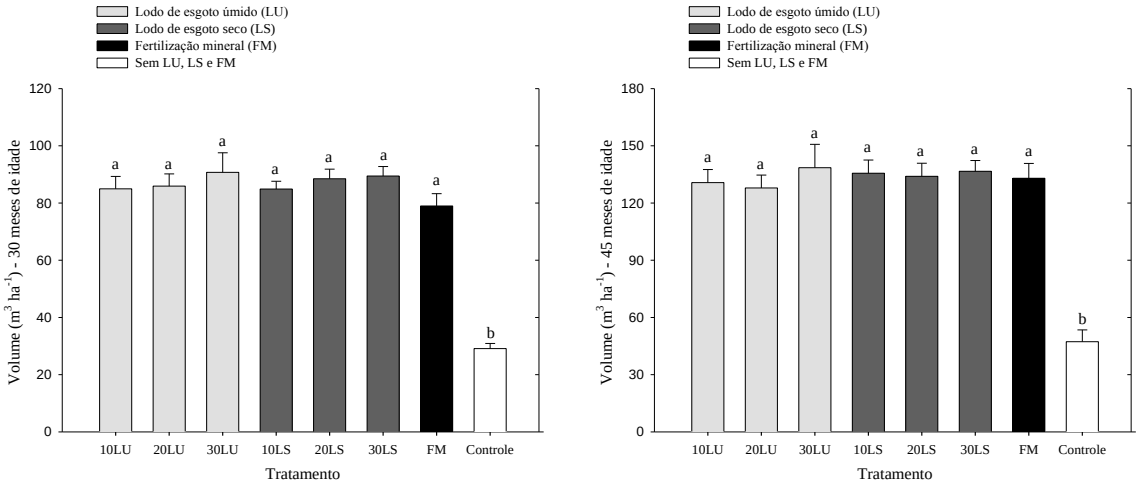

Figura 2.11 - Volume de madeira dos diferentes tratamentos, aos 30 (esq.) e 45 (dir.) meses de idade da plantação de eucalipto. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Barra vertical indica erro padrão médio e médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Nessa mesma área experimental, na primeira rotação de cultivo com *Eucalyptus grandis*, aos 36 meses de idade, foi observado que os tratamentos com LE e FM apresentaram, igualmente, produção de madeira maior que a constatada no tratamento controle (SILVA et al., 2008). O volume de madeira, em três sítios com plantações de eucalipto, aos 48 meses de idade, no tratamento controle foi de 48 m^3 ha^{-1} e nos tratamentos com diferentes doses de NPK variou de 60 a 150 m^3 ha^{-1} (MELO et al., 2015). Portanto, esses resultados vão de encontro aos obtidos no presente estudo, pois o volume de madeira sólido nos tratamentos em que se aplicou o resíduo não apresentaram diferenças quanto à produtividade do tratamento com efeito residual de fertilizantes minerais.

Semelhantemente, em LVAd de textura arenosa, com plantação de eucalipto aos 5 anos de idade, observou-se relação exponencial com aumento da dose de lodo de esgoto, além do que, no tratamento com a dose de 10 t ha^{-1}, com complementação de P e K, os valores não se diferenciaram em analogia à produtividade do tratamento com adição de fertilizantes minerais (BARREIROS et al., 2007). Têm-se evidenciado que a aplicação de lodo no solo influência no aumento da produtividade, pois os tratamentos com este resíduo apresentaram valores próximos aos obtidos dos tratamentos que foram adubados com fertilizantes minerais (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004; GUEDES, 2005). Nesse contexto, os resultados da presente pesquisa demonstram que a aplicação de lodo de esgoto no solo há 12,2 anos promoveu

efeito residual positivo na produtividade de madeira, pois o volume encontrado ficou próximo aos valores do tratamento com fertilizantes minerais, até mesmo, nos tratamentos com a menor dose de LE, de 10 t ha^{-1}.

Embora, observou-se que os tratamentos com efeito residual de LE apresentaram volume de madeira semelhante ao detectado nos tratamentos com aplicação de fertilizante minerais, deve-se considerar que esses valores poderiam serem mais incrementados, principalmente, se tivessem adicionados quantidades mais elevadas de K. Uma vez que, a concentração deste nutriente no lodo de esgoto, geralmente, é baixa e por causa da alta demanda do nutriente pelas plantas de eucalipto. Além disto, os resultados das concentrações no solo e no tecido vegetal evidenciaram que o K foi o nutriente mais limitante para o crescimento da planta (Figura 2.6 e Tabela 2.7), cujo, valores foram considerados muito baixo no solo e deficiente na planta, respectivamente.

2.3.4.2 Biomassa dos compartimentos aéreos

No modelo ajustado para as estimativas da biomassa seca dos compartimentos aéreos do lenho, casca, galho e folha das plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade e em sistema de alto fuste, apresentaram coeficiente de determinação ajustado (R^2ij) alto e uniformidade na distribuição dos resíduos para as variáveis observadas e estimadas (Tabela 2.16 e Figura 2.12).

Tabela 2.16 - Equações utilizadas para estimar a biomassa seca do lenho, casca, galho e folha obtida da plantação de eucalipto aos 45 meses de idade da 3ª rotação de cultivo e lodo de esgoto aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos

Variável	**Equação**	**R^2ij**[(1)]
Biomassa do lenho (BL), em kg	$BL = - 4{,}00903\ DAP^{(1{,}80871)}\ H^{(1{,}08294)}$	$0{,}9921^{***}$
Biomassa da casca (BC), em kg	$BC = - 4{,}32914\ DAP^{(2{,}06285)}\ H^{(0{,}28713)}$	$0{,}9776^{***}$
Biomassa do galho (BG), em kg	$BG = - 4{,}46873\ DAP^{(4{,}82444)}\ H^{(-2{,}24570)}$	$0{,}9102^{***}$
Biomassa da folha (BF), em kg	$BF = - 2{,}77685\ DAP^{(2{,}58600)}\ H^{(-0{,}84873)}$	$0{,}9513^{***}$

Nota: [(1)] Coeficiente de determinação ajustado; *** Significância do modelo ($p<0{,}0001$), Shumacher e Hall (1933). DAP = diâmetro a altura do peito (cm) e H = altura da árvore (m).

A produção de biomassa seca do lenho, casca, galho e folha, aos 45 meses de idade da plantação e há 12,2 anos da aplicação dos lodos no solo, independente da dose de LU ou LS, mostrou que esse resíduo contribuiu para aumento da produtividade, pelo fato dos tratamentos com LE apresentarem produção de biomassa similar ao tratamento FM.

Além de tudo, estes tratamentos apresentaram médias superiores em relação ao tratamento controle para a biomassa nos diferentes compartimentos e na biomassa total da planta de eucalipto (Tabela 2.17).

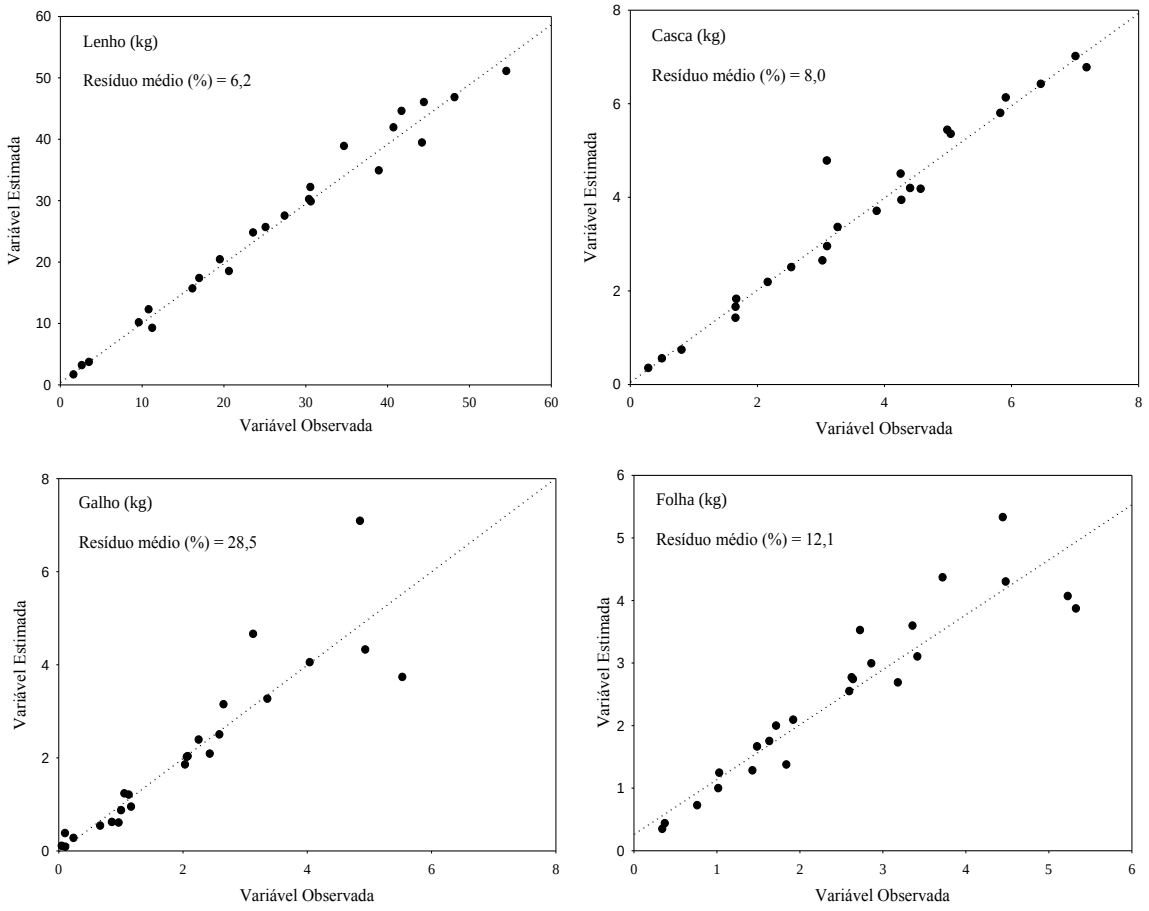

Figura 2.12 - Variáveis da biomassa seca aérea (lenho, casca, galho e folha) estimadas pelo modelo quadrático linearizado de Schumacher e Hall (1933), através das variáveis observadas, e valores da dispersão média dos resíduos, obtida da plantação de eucalipto aos 45 meses de idade (3ª rotação de cultivo) e lodo aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos

Na planta de eucalipto, a maior quantidade de biomassa, em ordem decrescente, se distribui da seguinte maneira: lenho > casca > folha > galho, que representou cerca de 78, 10, 7 e 5 % da biomassa total aérea da planta, reciprocamente. A biomassa total nos tratamentos com LE variou de 64 a 68 t ha^{-1}, enquanto, no tratamento FM e controle foi de 65 e 24 t ha^{-1}, respectivamente. Em plantação de *Eucalyptus grandis*, na primeira rotação de cultivo, foi observado efeito residual positivo de lodo de esgoto na produção de biomassa total e biomassa nos componentes aéreos (lenho, casca, galho e folha) provenientes dos tratamentos com a menor dose de lodo de esgoto, tratamentos 10LU e 10LS, aos quais apresentaram produção

semelhante ao tratamento com fertilização mineral e mais alta que a verificada no tratamento controle (SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011).

Tabela 2.17 - Produção de biomassa dos compartimentos aéreos das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Tratamento	Lenho	Casca	Galho	Folha	Total
	---------- t ha^{-1} ----------				
10LU	50 a	6,7 a	3,0 a	4,3 a	64 a
	(78%)	(10%)	(5%)	(7%)	(100%)
20LU	48 a	6,8 a	3,4 a	4,5 a	63 a
	(77%)	(11%)	(5%)	(7%)	(100%)
30LU	53 a	7,2 a	3,6 a	4,7 a	68 a
	(77%)	(11%)	(5%)	(7%)	(100%)
10LS	52 a	7,0 a	3,2 a	4,4 a	66 a
	(78%)	(10%)	(5%)	(7%)	(100%)
20LS	51 a	6,9 a	3,2 a	4,4 a	66 a
	(78%)	(10%)	(5%)	(7%)	(100%)
30LS	52 a	7,0 a	3,3 a	4,4 a	67 a
	(78%)	(10%)	(5%)	(7%)	(100%)
FM	51 a	6,9 a	3,2 a	4,4 a	65 a
	(78%)	(10%)	(5%)	(7%)	(100%)
Controle	18 b	2,8 a b	1,1 b	2,1 b	24 b
	(75%)	(12%)	(4%)	(9%)	(100%)

Nota: Para cada compartimento aéreo (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Em parênteses, os valores representam a contribuição de cada compartimento na biomassa seca total das plantas.

Em sistema de talhadia, os tratamentos com LE e FM não apresentaram diferenças para a produtividade de biomassa nos compartimentos aéreos, porém, estes tratamentos produziram maior biomassa que o tratamento controle (FERRAZ, 2013). Ademais, os resultados do presente estudo evidenciaram que as plantas de eucalipto fertilizadas com LE apresentaram produção de biomassa equivalente a produtividade obtida em outras plantações florestais que foram fertilizadas com adubos minerais (STAPE et al., 2010; BOUILLET et al., 2013; EUFRADE JUNIOR et al., 2016). Concomitantemente, as áreas cultivadas com plantações florestais, necessárias para atender à enorme demanda da sociedade por produtos madeireiros, podem se tornar também áreas adequadas para a reciclagem de resíduos orgânicos provenientes dos centros urbanos, inclusive, com reflexos positivos na produtividade florestal (SILVA et al., 2008; SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011).

Diante deste contexto, os resultados do presente estudo comprovaram que o efeito residual de LE, aplicado no solo há 12,2 anos, foi positivo para o desenvolvimento da árvore, pois os valores na biomassa seca da parte aérea condizem com a produção de outras localidades do país, inclusive na dose mais baixa de LE (10 t ha^{-1}), porque proporcionou produtividade semelhante ao tratamento com fertilizantes minerais. Contudo, o uso de lodo de esgoto em florestas plantadas deve ser complementado com K e B, pelo fato do resíduo em geral apresentar baixa concentração destes nutrientes. Além do mais, para obter produção mais alta, deve-se adicionar na fertilização de plantio parte da quantidade do recomendado para P, principalmente, com fertilizantes fosfatados mais solúveis. Em razão, do P presente no lodo de esgoto ser disponibilizado gradativamente ao longo do tempo e, também, porque no estágio inicial de desenvolvimento das plantas de eucalipto a demanda por este nutriente é muito alta.

2.3.4.3 Biomassa de folhedo depositado

Durante os dois anos de monitoramento, de out/13 a set/15, entre os tratamentos com LE e FM não houve diferença para a produção de biomassa seca total de folhedo transferida ao solo pelas plantas de eucalipto, de 21 a 45 meses de idade. Porém, estes tratamentos apresentaram maior produção de biomassa em relação a obtida no tratamento controle (Tabela 2.18).

De resto, observou-se que nos Períodos Chuvoso I, Seco I e Seco II entre os tratamentos com LE e FM não houve diferença para a biomassa de folhedo acumulada semestralmente. Embora, no período com maior quantidade de chuva ou Período Chuvoso II (Figura 2.2), os tratamentos com LE produziram menor biomassa de folhedo quanto à produção do tratamento FM. Além disso, em cada período de acompanhamento, verificou-se que o tratamento controle produziu biomassa de folhedo inferior quanto as quantidades dos tratamentos de LU, LS e FM.

Tabela 2.18 - Produção de biomassa de folhedo acumulada das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, entre 21 a 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS=lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM

Tratamento	**Período Chuvoso I (out/13 a mar/14)**	**Período Seco I (abr/14 a set/14)**	**Período Chuvoso II (out/14 a mar/15)**	**Período Seco II (abr/15 a set/15)**	**Total**
	---------- kg ha^{-1} ----------				
10LU	2562 a	2011 ab	1985 b	2594 a	9152 a
20LU	2571 a	2132 ab	2082 b	2699 a	9484 a
30LU	2706 a	2355 a	2258 b	2841 a	10160 a
10LS	2621 a	2079 ab	2371 b	2617 a	9688 a
20LS	2592 a	2127 ab	2335 b	2497 a	9550 a
30LS	2810 a	2096 ab	2165 b	2586 a	9657 a
FM	2435 a	1996 ab	2856 a	2498 a	9785 a
Controle	1934 b	1817 b	1586 c	1782 b	7119 b

Nota: Para cada período (coluna), médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) ocorreu há 12,5 anos

No povoamento de *Eucalyptus grandis* da primeira rotação de cultivo, durante 24 meses de monitoramento, observou-se que entre os tratamentos com LE e FM não houve diferença para a biomassa de folhedo acumulada, mas, tais tratamentos apresentaram produção de biomassa de folhedo mais elevada quanto à observada no tratamento controle (SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011). Confrontando os resultados da biomassa de folhedo acumulada (Tabela 2.18) com as informações climáticas (Figuras 2.2, 2.3 e 2.4), em cada período de monitoramento, observou-se que, em geral, o tratamento com FM incrementou maior biomassa proporcionalmente ao aumento da precipitação e excedente hídrico. Já entre os tratamentos com LE, essa relação foi menor, principalmente, no Período Chuvoso II, que apresentou as maiores quantidades de chuva e excedente hídrico, contudo, os tratamentos com LE tiveram biomassa inferior que a obtida no tratamento FM.

De fato, em diferentes plantações florestais a adição de fertilizantes minerais acima da faixa ideal de adubação mineral não aumentou a biomassa da planta, enquanto, o manejo com a irrigação proporcionou aumento da produção de até 30% (STAPE et al., 2010). Haja vista que, a maior habilidade das plantas em obter água e nutrientes minerais do solo está relacionada à sua capacidade de desenvolver um extenso sistema radicular (TAIZ et al., 2015). De modo complementar, a ciclagem biológica de nutrientes via decomposição de biomassa de folhedo, em plantação de eucalipto, foi maior nos tratamentos com lodo de esgoto (SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011). Ao passo que, a mineralização de

folhedo acumulado sobre o solo pode contribuir para elevar o teor de matéria orgânica e disponibilizar nutrientes à planta (BELLOTE; DEDECEK; SILVA, 2008).

No presente trabalho, observou-se em geral que o aumento da biomassa de folhedo transferida para o solo é diretamente proporcional ao aumento da biomassa da árvore (Tabelas 2.17 e 2.18). De modo equivalente, em plantações de eucalipto para uso energético foi demonstrado que a produção de serapilheira, sobretudo de folhedo depositado, foi correlacionada positivamente com a produção de biomassa total aérea dos compartimentos da planta (GUO; SIMS; HORNE, 2006).

2.3.5 Área foliar

Na Figura 2.13 observa-se os parâmetros da área foliar especifica (AFE) e índice de área foliar (IAF) para os tratamentos com as diferentes doses de lodo de esgoto, fertilização mineral e o tratamento controle das plantas de eucalipto aos 45 meses de idade. Entre tais tratamentos não houve diferença para a área foliar específica (AFE), com valores variando de 7,5 a 8,4 m^2 kg^{-1}. A AFE é um importante parâmetro que possibilita diferenciar a capacidade das plantas de se adaptarem às condições ambientais, tal como, eficiência no uso da luz para os processos fotossintéticos e balanço de carbono (ROZENDAAL; HURTADO; POORTER, 2006).

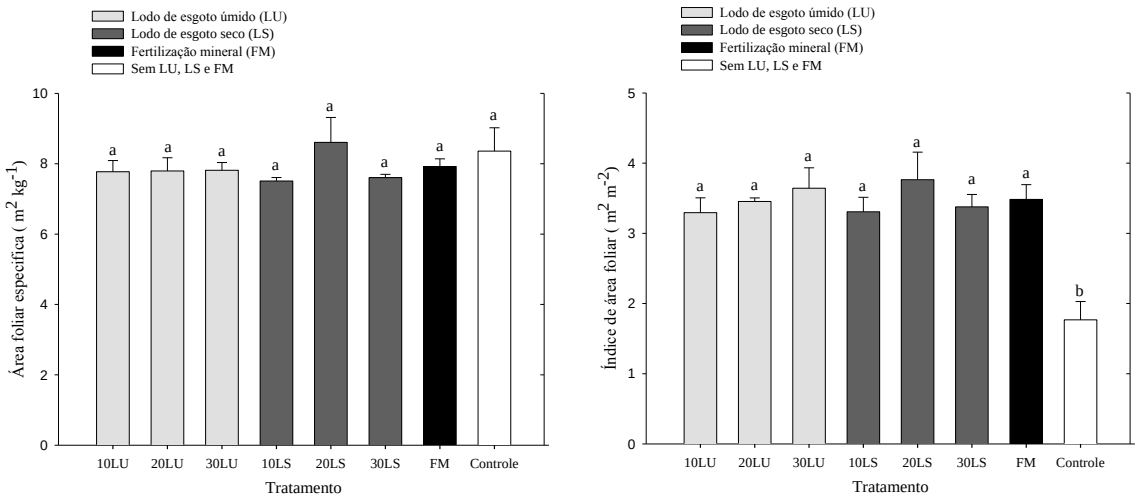

Figura 2.13 - Valores médios da área foliar específica e índice de área foliar das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, de textura média) há 12,2 anos. Barra vertical indica erro padrão médio e médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Em povoamento florestal mais juvenil a área foliar específica apresentou maior valor, de 26 m^2 kg^{-1}, quando comparado as plantas de estágio mais avançado de crescimento, de 6 m^2 kg^{-1}, à vista disso, modelos com base na massa da folha não são eficientes para estimar este fator (RANCE; MENDHAM; CAMERON, 2014). Além do que, em plantações de *Eucalyptus* com diferentes idades, a AFE foi menor nos indivíduos não-dominantes em comparação aos dominantes, de 9 e 14 m^2 kg^{-1}, respectivamente, desse modo, evidenciando alta correlação com o tamanho da árvore (NOUVELLON et al., 2010). Da mesma maneira, pelo método indireto, em plantações clonais de eucalipto foi demonstrado que os valores da AFE variaram de 7 a 10 m^2 kg^{-1}, sendo que os maiores valores desta variável foram observadas nas plantas mais juvenis (NETO et al., 2015). Adicionalmente, em plantio jovem de eucalipto, com efeito residual de lodo de esgoto, a AFE média foi em torno de 8 m^2 kg^{-1} e nos tratamentos com o LE não se diferenciou em relação aos tratamentos com aplicação de fertilizantes minerais e do controle (FERRAZ, 2013).

O índice de área foliar (IAF) foi menor no tratamento controle ($p < 0,05$), de 1,8 m^2 m^{-2}, em comparação aos tratamentos com efeito residual de LE (LU e LS) e FM, com valores nestes tratamentos variando entre 3,3 a 3,8 m^2 m^{-2} (Figura 2.13). Tais resultados estão em conformidade com os valores demonstrados em outros estudos, nos quais avaliaram o IAF em plantação de eucalipto (STAPE; BINKLEY; RYAN, 2008; NOUVELLON et al., 2010; WHITE et al., 2010).

O IAF é obtido pela razão entre a área da superfície foliar total da árvore e área de solo ocupada pela árvore. Este índice é um dos principais parâmetros para estudos em ecossistemas florestais, pois está envolvido com muitos processos ecológicos, tal como, interceptação de luz, fotossíntese e transpiração (LE MAIRE et al., 2012). Estimativas para o IAF em plantação de *Eucalyptus spp.* obtiveram resultados semelhantes aos desta pesquisa, com valores médios de 3 m^2 m^{-2} (CANTINHO; PONZONI; SANTOS, 2014). Condizente com estas observações, em estudo pelo método destrutivo, foi demonstrado que o IAF variou de 2 a 6 m^2 m^{-2}, com maiores valores às plantas mais jovens (LE MAIRE et al., 2012).

2.3.6 Estoque de nutrientes e metais pesados

2.3.6.1 Compartimentos aéreos

Na Figura 2.14, estão apresentados os estoques totais de N, P, K, Ca, Mg e S na biomassa aérea dos compartimentos do lenho, casca, galho e folha das plantas de eucalipto, aos 45 meses de idade, cultivadas em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico de textura média, pertencentes aos tratamentos FM, controle e LU e LS nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1} há 12,2 anos aplicadas no solo por ocasião do plantio inicial, relativo a primeira rotação de cultivo. Nestes compartimentos vegetais, ocorre redistribuição de nutrientes dos tecidos senescentes para os tecidos em formação, tal evento é conhecido por processo de ciclagem bioquímica (GONÇALVES et al., 2005).

Para os estoques totais de P e Ca, observou-se que nos compartimentos aéreos aumentaram diretamente com a dose de lodo de esgoto aplicada no solo, nos quais os tratamentos com efeito residual nas doses de 10 t ha^{-1} de LE não se diferenciaram do tratamento com fertilização mineral e foram mais altos que o controle. Ao mesmo tempo que, o tratamento 30LS apresentou valores superiores destes nutrientes em relação aos estoques dos tratamentos FM e controle, de 19 e 147, 12 e 104 e 5 e 44 kg ha^{-1} para P e Ca, reciprocamente.

Considerando os componentes aéreos, em referência a maioria dos tratamentos LU, LS e FM não foi observado diferença para os estoques totais de N, K e S, com valores variando de 103 a 138; 83 a 93; 12 a 18 kg ha^{-1}, respectivamente. Mas, estes tratamentos em geral expressaram maiores estoques destes nutrientes em relação ao observado no tratamento controle. Quanto ao estoque total de Mg na parte aérea, o tratamento FM exibiu maior quantidade, de 29 kg ha^{-1}, em confronto aos tratamentos com LU e LS, que oscilaram de 18 a 21 kg ha^{-1}. Já o tratamento controle apresentou estoque de Mg inferior a todos os tratamentos com LE ou FM, com valor de 10 kg ha^{-1}.

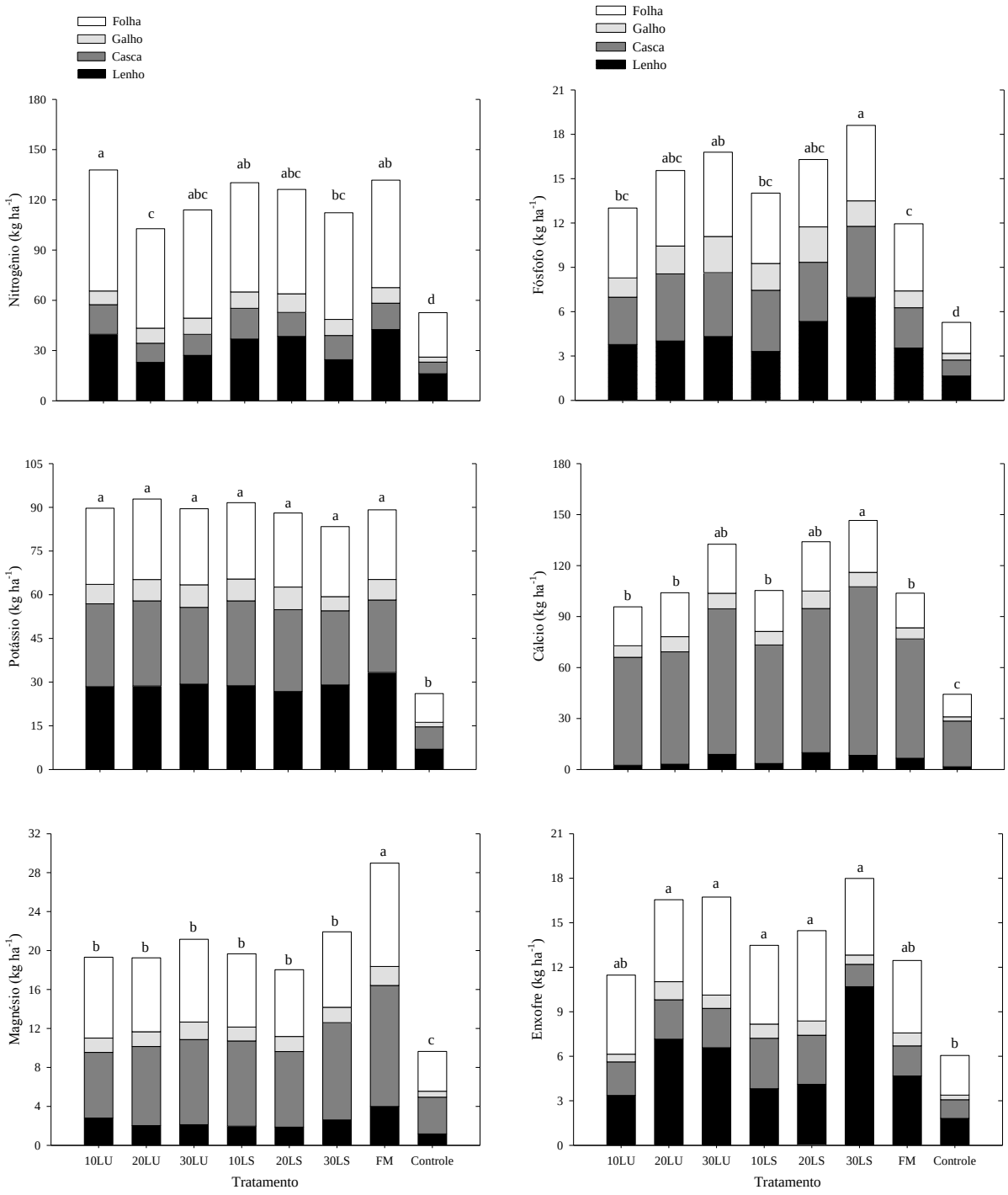

Figura 2.14 - Estoque de macronutrientes na biomassa aérea das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) há 12,2 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Apoiando-se nestes resultados, verificou-se que os tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto ou fertilização mineral, em geral, apresentaram maiores estoques de macronutrientes em relação ao estoque contido no tratamento controle. Nos compartimentos os estoques de nutrientes na maioria dos tratamentos, em ordem decrescente, se distribuíram da seguinte forma: N, folha > lenho > casca > galho; P, folha ≈ casca ≈ lenho > galho; K, lenho ≈ casca ≈ folha > galho; Ca, casca > folha > galho > lenho; Mg, casca ≈ folha > lenho > galho; S, folha ≈ lenho > casca > galho; e a somatória do estoque total com todos os macronutrientes foi constatado na folha ≈ casca > lenho > galho. Ademais, os estoques totais destes nutrientes, em ordem decrescente, distribuíram-se da seguinte maneira nos compartimentos aéreos: lenho, N ≈ K > Ca ≈ S ≈ P > Mg; casca, Ca ≈ K > N > Mg > P ≈ S; galho, N > K ≈ Ca > Mg ≈ P > S; folha, N > Ca ≈ K > Mg > S ≈ P e considerando toda a parte aérea (lenho, casca, galho e folha) foi: N > Ca > K > Mg ≈ P ≈ S.

Nas plantas de eucalipto pertencentes a 2ª rotação cultivo, em geral, foram observados resultados similares ao da presente pesquisa, tal como, as árvores dos tratamentos com LE e FM apresentaram estoques mais elevados em relação as plantas do controle, o estoque de Mg no tratamento FM foi superior aos estoques observados nos demais tratamentos, e na casca obteve-se as maiores quantidades de Ca (FERRAZ, 2013). Pesquisas que avaliaram a distribuição dos estoques de nutrientes na planta, do mesmo modo divulgaram resultados equivalentes (LACLAU; BOUILLET; RANGER, 2000; GUEDES, 2005).

A explicação para os estoques de nutrientes nas plantas dos tratamentos com aplicação de LE e FM apresentarem valores superiores ao do controle, tem associação com a maior disponibilidade dos nutrientes no solo, absorção pelas plantas e produção de biomassa nos tecidos vegetais. Dada à importância que, a dinâmica de nutrientes nos compartimentos da planta varia quanto a espécie, idade, condições edafoclimáticas e práticas de manejo adotadas (VIERA; SCHUMACHER, 2009). Assim sendo, características comuns foram observadas na reciclagem de lodo de esgoto como fonte de nutrientes para povoamentos florestais, pelo fato do LE ter contribuído para o crescimento das plantas e aumentado a produção de biomassa, principalmente, ao longo de rotações sucessivas de cultivo (GUIDI NISSIM et al., 2013).

Os tratamentos com LE e FM não apresentaram diferenças para os estoques totais de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al, com exceção do tratamento 30LU que apresentou valor de Zn, de 1237 g ha^{-1}, superior em alusão ao tratamento FM, de 610 g ha^{-1} (Figura 2.15). Além disso, no tratamento controle foram constatados os menores estoques de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al na parte aérea da planta.

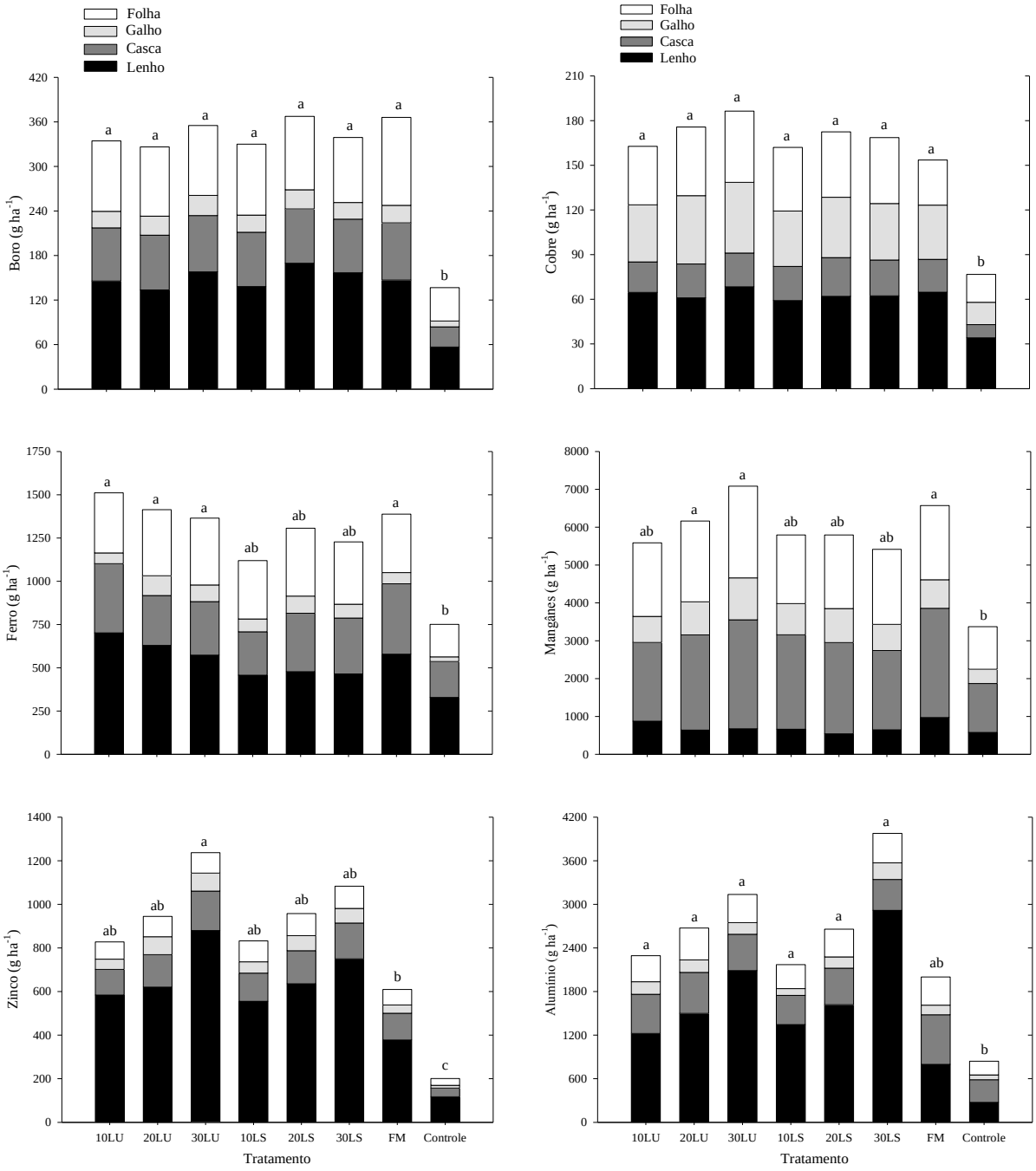

Figura 2.15 – Estoque de micronutrientes e alumínio na biomassa aérea das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) há 12,2 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Importante ressaltar, que não foi estimado o estoque de Mo na biomassa área da planta porque as concentrações nos diferentes componentes vegetais (lenho, casca, galho e folha)

foram inferiores ao limite de determinação do método analítico utilizado, de 0,1 mg kg^{-1}, por ICP-OES. De resto, o período precursor a realização do corte das árvores para a estimativa do estoque nas plantas de eucalipto, foi o Período Seco II com cerca de 20 dias sem ocorrência de precipitações pluviométricas, ao qual pode ser observado com mais detalhes através do balanço hídrico simplicado e completo (Figuras 2.2, 2.3 e 2.4).

Os estoques de nutrientes nos compartimentos aéreos, em ordem decrescente, foram distribuídos da seguinte forma: B, lenho > folha > casca > galho; Cu, lenho > folha > galho > casca; Fe, lenho > folha ≈ casca > galho; Mn, casca > folha > lenho > galho; Zn, lenho > casca > folha > galho; e a somatória do estoque total com todos os micronutrientes, em ordem decrescente, foi: casca ≈ folha > lenho > galho; e para Al, lenho > casca > folha > galho. Em relação ao estoque total em cada compartimento a distribuição, em ordem decrescente, para os micronutrientes foi: lenho e casca, Mn > Fe > Zn > B > Cu; galho, Mn > Fe > Zn > Cu > B; folha, Mn > Fe > B ≈ Zn > Cu; e considerando toda a parte aérea (lenho, casca, galho e folha) foi: Mn > Fe > Zn > B > Cu. De modo equivalente, em plantação de *Eucalyptus urophylla x Eucalyptus grandis* aos 2 anos de idade, as quantias totais de macro e micronutrientes na biomassa da planta foram maiores na folha, às quais nos diferentes compartimentos distribuíram-se comumente na seguinte ordem: folha > galho > tronco (lenho e casca) e com maior produção de biomassa no tronco, seguido pela folha e galho, respectivamente (EUFRADE JUNIOR et al., 2016).

Nos tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto observou-se que os estoques totais de Zn e Al na planta aumentaram proporcionalmente com a dose de LU ou LS, porém, em tais tratamentos não houve diferença para os estoques totais destes nutrientes. Ainda com relação aos mesmos micronutrientes, foi observado que os tratamentos com LE apresentaram maiores estoques totais em comparação aos estoques pertencentes ao tratamento controle. De forma análoga, os tratamentos com LU apresentaram maiores estoques de Cu e Mn diretamente proporcional com o aumento da dose de LE que foi aplicada no solo, mas nestes tratamentos os estoques não diferiram no tocante aos obtidos para Cu e Mn nos tratamentos com LS.

Os tratamentos com LU, LS e FM apresentaram maiores estoques totais de B, Cu e Zn em relação ao tratamento controle. Esses resultados podem ser devido à ausência de adubação destes nutrientes no tratamento controle, por exemplo, nos tratamentos com LE foi realizada adubação mineral com B e o LE aplicado no solo possuía quantidades elevadas de Cu e Zn, conforme Tabelas 2.2 e 2.3. Os estoques totais de Fe na biomassa aérea das plantas provenientes dos tratamentos com LU ou FM foram superiores ao estoque dos indivíduos do tratamento controle. Esse mesmo comportamento não foi observado para os tratamentos com LS. Nas

plantas oriundas dos tratamentos com LU ou LS, o estoque total de Al aumentou proporcionalmente com a quantidade de LE que foi adicionada ao solo, aos quais revelaram maiores estoques quanto ao observado no tratamento controle. Resultados similares foram observados para o estoque total de Cu, Fe, Mn e Zn na parte aérea da planta (lenho, casca, galho e folha), em razão dos tratamentos com LE terem apresentado maiores estoques destes nutrientes em confronto aos valores obtidos no tratamento controle (FERRAZ, 2013).

A exportação de nutrientes pela colheita é um dos fatores a ser considerado quando há preocupação com a manutenção da produtividade dos sítios, principalmente em solos de baixa fertilidade (BELLOTE; DEDECEK; SILVA, 2008). Diante deste contexto e com os resultados da presente pesquisa, seria pertinente deixar na área de cultivo os resíduos da madeira, especialmente, folhas e cascas, pois nestes compartimentos em geral foram obtidos os maiores estoques de macro e micronutrientes (Figura 2.14 e 2.15, respectivamente). Tal manejo, possivelmente diminuiria os impactos negativos na área de cultivo, especialmente ocasionados pela exportação de nutrientes com a retirada da madeira.

Os resultados para os estoques totais de Ba, Se, Cr, Co, Ni e Pb nos componentes arbóreos evidenciaram de forma geral maiores valores nos tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto (LU e LS) e fertilização mineral em relação ao tratamento controle (Figura 2.16). Do mesmo modo, constatou-se que os tratamentos com LE apresentaram estoques totais superiores apenas para Ba e Ni em comparação aos valores adquiridos do tratamento FM, com exceção do tratamento 30LS. De modo enfático, os estoques totais de Cr e Co na biomassa dos compartimentos aéreo foram determinados apenas na casca, devido as concentrações no lenho, galho e folha serem inferiores a 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de determinação do método analítico utilizado, em ICP-OES. Pelo mesmo motivo, não foi possível estimar os estoques de Cd nos componentes arbóreos citados anteriormente.

Nos compartimentos aéreos da árvore, em geral, os maiores estoques de metais pesados, em ordem decrescente, ficaram alocados da seguinte maneira: de Ba, lenho > casca > folha ≈ galho; Se, lenho > casca > folha > galho; Cr, principalmente, na casca; Co, sobretudo, na casca; Ni, folha > lenho ≈ casca > galho; Pb, lenho > casca ≈ folha > galho; e a somatória do estoque total da parte aérea envolvendo todos estes metais pesados foi: lenho > casca > folha > galho. Nestes compartimentos a distribuição dos metais pesados, em ordem decrescente, foram: lenho, Ba > Pb > Ni > Se > Cr ≈ Co; casca, Ba > Ni ≈ Pb ≈ Se > Cr ≈ Co; galho, Ba > Ni > Pb > Se > Cr ≈ Co; folha, Ba > Ni > Pb > Se > Cr ≈ Co e considerando toda a parte aérea (lenho, casca, galho e folha) foi: Ba > Pb > Ni > Cr ≈ Co.

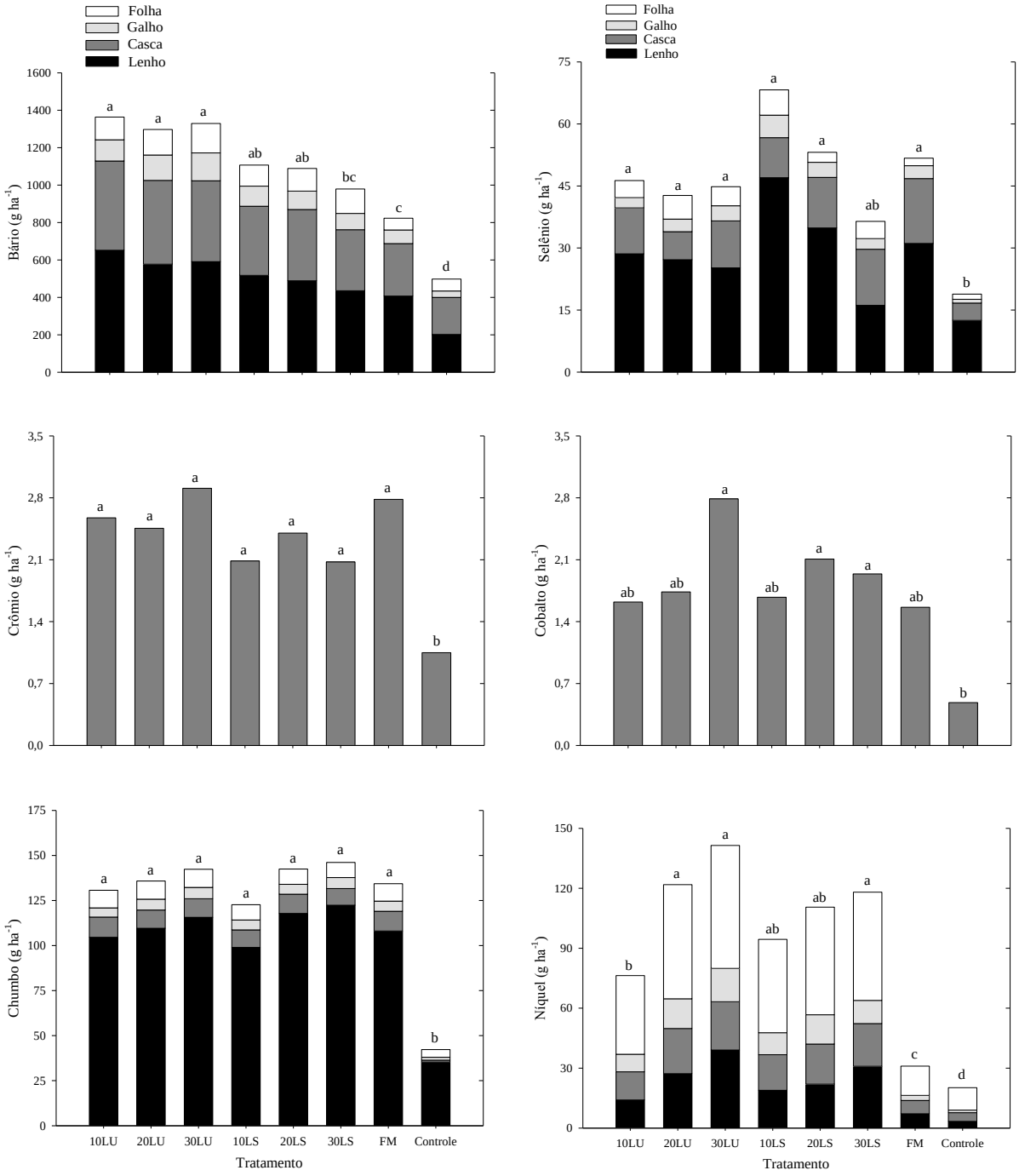

Figura 2.16 – Estoque de metais pesados na biomassa aérea das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, aos 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. O lodo foi aplicado ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) há 12,2 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Nos tratamentos com LE e FM os estoques totais de Se, Cr, Co e Pb na parte aérea variaram de 36 a 68; 2,1 a 2,9; 1,6 a 2,8; e 123 a 146 g ha^{-1}, respectivamente. Os estoques totais de Ba entre os tratamentos com aplicação de LE apresentaram valores variando de 980 a 1364 g ha^{-1}. Nos tratamentos FM e controle os estoques de Ba na parte aérea foram de 823 e 498 g ha^{-1}, reciprocamente. O estoque total de Ni, em geral, aumentou proporcionalmente com aumento da dose de LE que se aplicou no solo, com valores variando de 76 a 141 g ha^{-1}, aos quais os tratamentos com LE apresentaram estoques superiores em relação aos valores encontrados nos tratamentos de fertilização mineral e controle, de 31 e 20 g ha^{-1}, de modo respectivo. Essa mesma proporcionalidade foi observada para Pb, porém, os tratamentos com LE apresentaram valores mais elevados apenas em referência ao tratamento controle.

Em solo arenoso, com cultivo de plantas de eucalipto, foi demonstrado que o acúmulo de Ni e Pb na biomassa aérea da árvore, aos 43 meses de idade, nos tratamentos com aplicação de diferentes doses de lodo de esgoto, de 7,7; 15,4 e 23,1 t ha^{-1}, apresentaram resultados equivalentes aos da presente pesquisa (Figura 2.16), sobretudo, ao fato de terem incrementados maiores concentrações destes nutrientes proporcionalmente com o aumento da dose que foi aplicada no solo por ocasião do plantio (FIRME, 2009). De forma geral, observou-se que os maiores estoques totais de macro e micronutriente foram, principalmente na folha e casca. Por outro lado, os estoques de metais pesados e o Al foram constatados no lenho. Diante disso, é fundamental compreender os prós e contras do uso de lodo de esgoto em áreas agrícolas ou florestais, tal como, os efeitos benéficos para a fertilidade do solo, nutrição e produtividade, ou maléficos, por exemplo, com metais pesados, haja vista, que os metais pesados podem ocasionar contaminação do solo, toxidez em plantas e animais, e consequentemente risco potencial destes elementos entrarem na cadeia alimentar humana.

Neste cenário, atenção especial deve ser dada ao processo de ciclagem de nutrientes (velocidade de fluxo, entradas e perdas, interação solo-planta, distribuição nos componentes da parte aérea e sistema radicular ao longo do tempo) para definição de novas tecnologias de manejo florestal, bem como para definir dose, método e época de aplicação, e caracterizar a curto, médio e de logo prazo a efetividade do uso de fertilizantes (GONÇALVES; VALERI, 2001). Adicionalmente, se forem adotadas as práticas de cultivo mínimo, em que os resíduos da colheita são deixados no local de extração e não são queimados, que a curto e, principalmente, de longo prazo pode contribuir para preservação dos estoques de nutrientes no sistema (GONÇALVES et al., 2004). Tendo em vista aos resultados da presente pesquisa, observou-se que o LE pode ser utilizado em plantações florestais, pois aumentou os estoques de nutrientes na planta em relação ao manejo com fertilização mineral.

Portanto, o uso florestal de lodo de esgoto pode garantir maiores estoques de nutrientes no sistema, especialmente, se os resíduos da colheita da folha e casca permanecerem na área de cultivo. Em razão de nestes compartimentos, em geral, terem sido encontrados os maiores estoques de macro e micronutriente e os menores valores de metais pesados. Com isso, contribuindo ao aumento da fertilidade do solo, nutrição vegetal e a ciclagem de nutrientes. Ademais, proporciona aumento de produtividade e possivelmente equilíbrio do ecossistema, além de viabilizar a reciclagem agrícola de lodo de esgoto, que comumente, no Brasil, é despejado diretamente em aterro sanitário.

2.3.6.2 Folhedo depositado

Os estoques totais de N, P, K, Ca, Mg e S transferidos para a superfície do solo pela deposição de folhedo de out/13 a set/15 podem ser observados na Figura 2.17. Tais resultados mostraram que a quantidade total destes macronutrientes, em cada tratamento, foram em geral semelhantes em analogia com os diferentes períodos de monitoramento chuvosos ou secos. Adicionalmente, observou-se que os estoques desses nutrientes transferidos pela deposição de folhedo, em ordem decrescente, apresentaram a seguinte distribuição: Ca > N > Mg ≈ K > S > P. Esse meio de transferência de nutrientes ao solo no ecossistema florestal compreende ao processo de ciclagem biogeoquímica, que representa a ciclagem de nutrientes no sistema solo-planta, principalmente, através da deposição de folhedo, casca e galho, mineralização e reabsorção dos nutrientes pela planta (GONÇALVES et al., 2005).

Nesses resultados, observou-se que os estoques de P e Ca transferidos para o solo incrementaram proporcionalmente ao aumento da dose de LE aplicada ao solo, com destaque os tratamentos com as doses de 20 e 30 t ha^{-1} de LE, pois apresentaram valores mais altos quanto aos estoques dos tratamentos FM e controle. Em doses de 15 t ha^{-1} de diferentes lodos de esgoto, aplicadas na linha de plantio de povoamento de eucalipto, igualmente demonstrou que nos tratamentos deste resíduo constataram maiores estoques de macronutrientes em relação aos valores adquiridos nos tratamentos com fertilização mineral (FERRAZ, 2013).

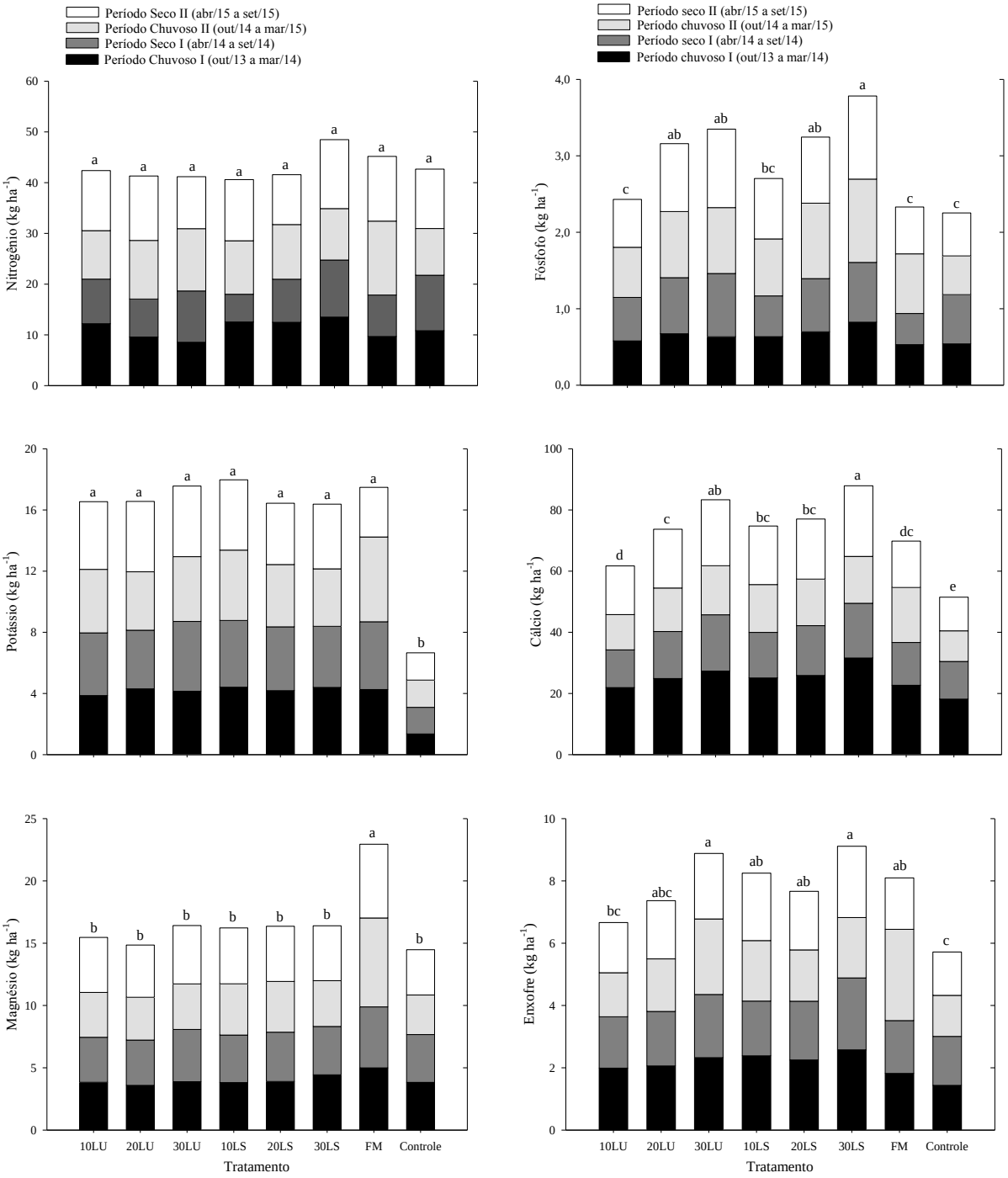

Figura 2.17 – Estoque de macronutrientes transferidos para a superfície do solo através da biomassa de folhedo acumulada das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, entre 21 a 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) ocorreu há 12,5 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Os tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto não apresentaram diferenças nos estoques totais de N, K e S transferidos para o solo em comparação aos valores encontrados no tratamento de fertilização mineral. Em estudo conduzido na mesma área experimental, a quantidade total destes macronutrientes ciclada no solo dos 12 aos 36 meses de idade das plantas de eucalipto evidenciou que na dose de 10 t ha^{-1} de LE não houve diferença quanto ao estoque produzido no tratamento de fertilização mineral (SILVA, 2006).

A quantidade total de Mg transferida para o solo via deposição de folhedo no tratamento FM foi de 23 kg ha^{-1}. Neste tratamento, tal valor foi superior em comparação aos estoques conseguidos nos tratamentos com LE e controle, que apresentaram produção oscilando de 14 a 16 kg ha^{-1}, em todos períodos de acompanhamento. Ainda com relação aos estoque nestes tratamentos, na mesma área experimental, foi evidenciado que o tratamento FM expressou quantidade de Mg superior aos valores encontrados nos tratamentos com LE e controle (SILVA, 2006).

Na Figura 2.18, observa-se os estoques totais de B, Cu, Fe, Mn, Zn e Al obtidos nos Períodos Chuvoso I, Seco I, Chuvoso II e Seco II do folhedo acumulado no solo. Tal variável não foi estimada para Mo, pelo motivo da concentração no folhedo depositado ter sido inferior a 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de determinação do método analítico utilizado por ICP-OES. Nestes resultados, observou-se que os estoques totais dos nutrientes nos quatro períodos de monitoramento, em ordem decrescente, distribuíram-se da seguinte maneira: Mn > Fe > B > Zn > Cu > Mo e o estoque total de Al foi maior que as quantidades de Fe e menor que Mn.

Nos tratamentos com as doses mais altas de LE verificou-se que a transferência de Cu e Zn para o solo, via deposição de folhedo nos diferentes períodos, foram mais incrementadas em relação ao tratamento FM e controle. A título de exemplo, no tratamento 30LU e 30LS os estoques foram de 68 e 169 g ha^{-1} de Cu e Zn, respectivamente. Em geral, quanto maior a dose de LE maior foram as quantidades desses nutrientes transferidas ao solo. Além de tudo, na maioria dos tratamentos com LE e FM não houve diferença para os estoques totais de Fe e Mn, no período de acompanhamento. Em experimento de campo, conduzido para avaliar a ciclagem de nutrientes em plantação de eucalipto, foi demonstrado que nos tratamentos com as doses de 15 t ha^{-1} de lodo de esgoto, oriundo de diferentes estações de tratamento de esgoto, apresentaram maiores estoques de Zn em alusão ao tratamento FM e controle (FERRAZ, 2009).

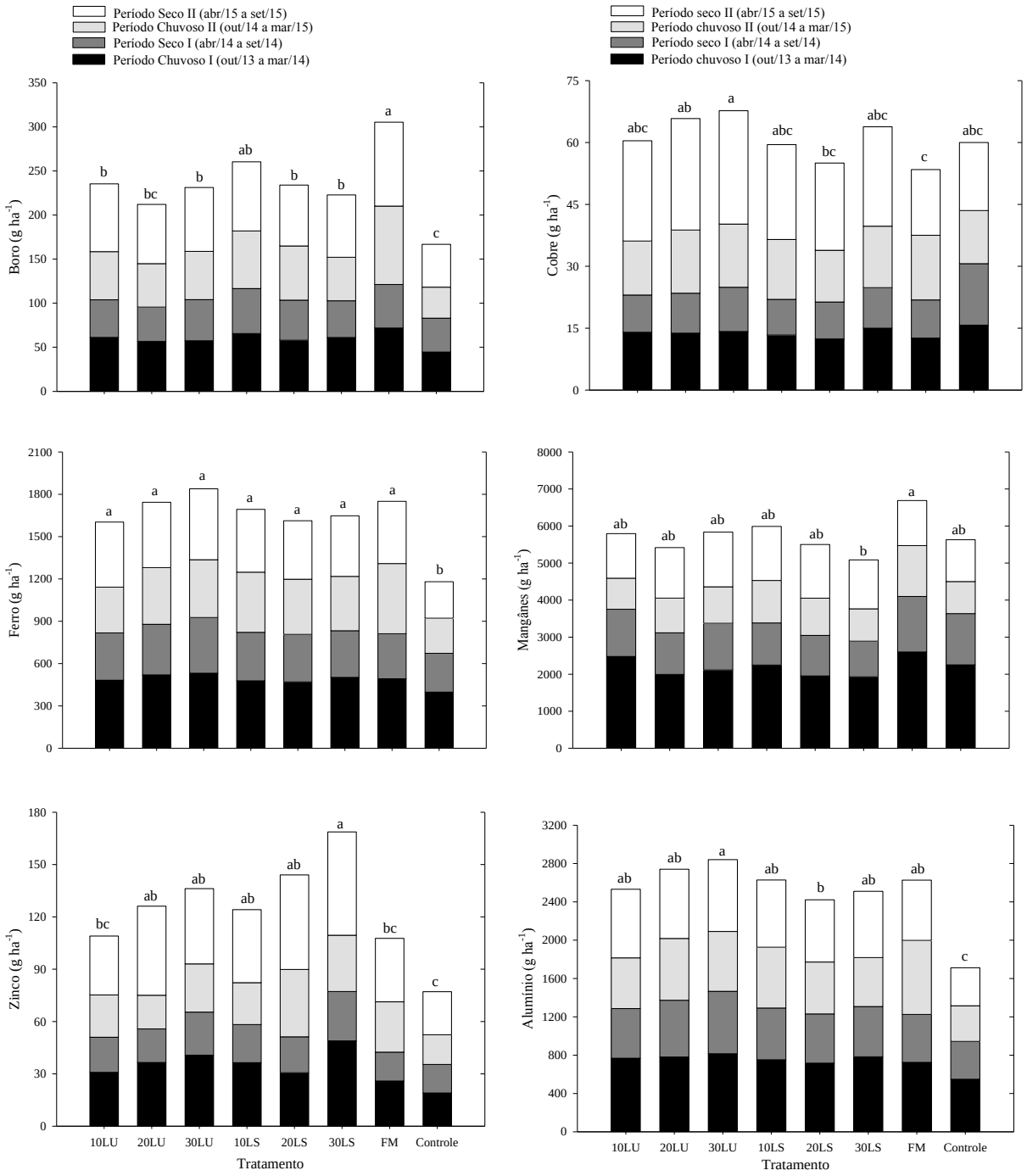

Figura 2.18 – Estoque de micronutrientes e alumínio transferidos para a superfície do solo através da biomassa de folhedo acumulada das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, entre 21 a 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) ocorreu há 12,5 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

O tratamento FM apresentou estoque total de B superior em relação às quantidades obtidas nos tratamentos com LE e controle, exceto em referência ao tratamento 10LS, com média de 260 g ha^{-1}, que não se diferenciou do tratamento FM. Esse resultado pode ser explicado em razão dos tratamentos FM e 10LS terem apresentados maiores concentrações do nutriente na biomassa de folhedo transferida ao solo nos períodos de monitoramento, conforme demonstrado na Tabela 2.14. No folhedo depositado, oriundo dos diferentes períodos, entre os tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto e fertilização mineral não foi observado diferença para o estoque total de Al transferido para o solo. Mas, estes tratamentos apresentaram estoques de Al superiores ao tratamento controle.

A transferência de metais pesados para o solo através da deposição de folhedo, durante dois anos de monitoramento de out/13 a set/15, pode ser observada na Figura 2.19. A fim de elucidação, os estoques de As, Co e Cd não foram calculados, porque as concentrações no folhedo transferido ao solo nos diferentes períodos foram inferiores a 0,1 mg kg^{-1}, o qual foi o valor mínimo de quantificação do método analítico utilizado por ICP-OES. Durante esse período, observou-se que os maiores estoques de metais pesados na biomassa total de folhedo acumulado das plantas de eucalipto, em ordem decrescente, foram obtidos da seguinte forma: Ba > Ni > Se > Pb > Cr > Co ≈ As ≈ Cd.

Esses resultados mostraram que entre os diferentes tratamentos com LE e FM não houve diferença para os estoques totais de Se, Pb e Cr. Nestes mesmos tratamentos houve diferença para os estoques totais de Ba e Ni durante os 24 meses de monitoramento, acima de tudo, quando foi comparado com os tratamentos de LU, aos quais nos tratamentos com LU os estoques transferidos para o solo aumentaram proporcionalmente com aumento da dose aplicada no solo. Já, entre os tratamentos com LS e controle não houve diferença para os estoques totais de Ba na biomassa transferida ao solo nos dois anos de monitoramento.

Apesar do efeito residual de LE influenciar no aumento de estoque de metais pesados na biomassa de folhedo transferida para o solo, existe a possibilidade de quantidades elevadas de metais pesados serem exportadas do local de cultivo, como através da colheita da madeira. No mais, o efeito residual de lodo de esgoto no aumento dos estoques de macronutrientes, com destaque de P, Ca e S; micronutrientes, sobretudo de Cu, Zn e Ni; e de metais pesados intrinsecamente tóxicos, principalmente Ba, podem ser compreendidos em razão destes nutrientes e/ou metais pesados estarem presentes no LE que foi aplicado no solo por ocasião do plantio inicial com as plantas de eucalipto, em abril de 2003.

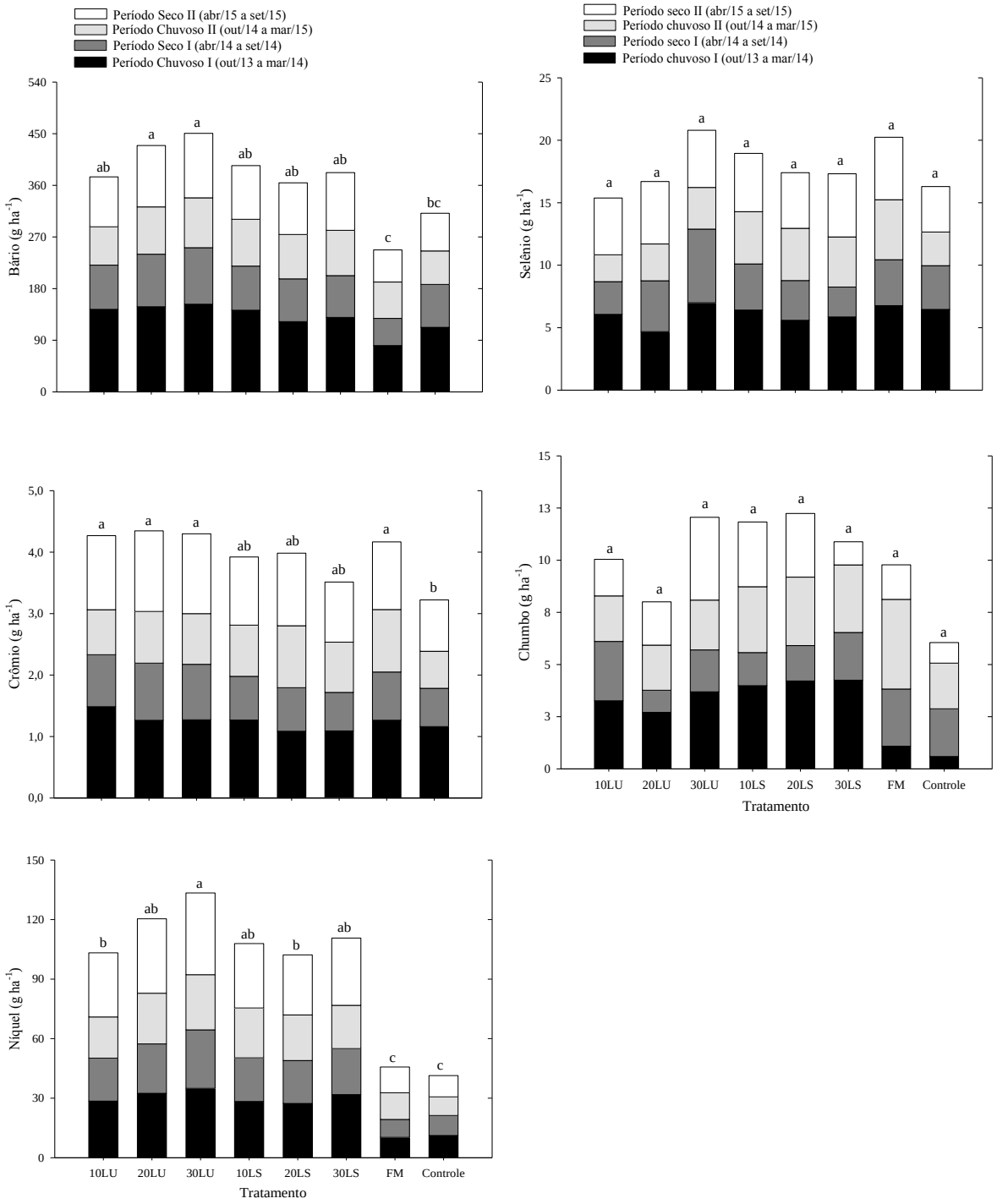

Figura 2.19 - Estoque de metais pesados transferidos para a superfície do solo através da biomassa de folhedo acumulada das plantas de eucalipto dos diferentes tratamentos, entre 21 a 45 meses de idade. Tratamentos: FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; LU = lodo úmido e LS = lodo seco nas doses de 10, 20 e 30 t ha^{-1}, complementado com K e B, respectivamente; controle = sem LU, LS e FM. Em setembro de 2015, o tempo de aplicação do lodo ao solo (LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico, textura média) ocorreu há 12,5 anos. Para cada elemento, médias da quantidade total seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

De modo complementar, em geral, para os micronutrientes e metais pesados a baixa redistribuição para os tecidos em formação, processo de ciclagem bioquímica, pode ter contribuído para maior estoque destes elementos na biomassa de folhedo transferida para o solo nos períodos de monitoramento. Igualmente, estas observações foram constatadas em outras pesquisas que avaliaram o efeito da aplicação de lodo de esgoto no solo e em plantações de eucalipto (GUEDES, 2005; SILVA, 2006; FIRME, 2009; SILVA; POGGIANI; LACLAU, 2011; FERRAZ, 2013). Neste contexto, estratégias de manejo para o uso de lodo de esgoto em áreas florestais podem ser desenvolvidas e recomendadas de forma mais técnica. Por exemplo, através da aplicação de dose baixa e localizada na linha de plantio das árvores, que neste estudo demonstrou contribuição para aumento da fertilidade do solo, nutrição e estoque de nutrientes, produtividade e os teores de metais pesados não evidenciaram contaminação do solo e nem causaram toxidez às plantas de eucalipto. Finalizando, outros estudos devem ser direcionados a fim de entender os mecanismos que estão relacionados aos estoques de metais pesados na planta, tal como, formas de ocorrências e concentrações, toxicidades, competições e interações iônicas (KABATA-PENDIAS, 2011).

2.4 Conclusões

1. Há efeito residual de lodo de esgoto na fertilidade do solo, em relação ao manejo de fertilização mineral, com aumento nos teores de matéria orgânica, soma de base e capacidade de troca catiônica, macro e micronutrientes, principalmente de P, Ca, S, Cu e Zn.
2. Há efeito residual de lodo de esgoto à nutrição mineral do eucalipto, em relação ao manejo de fertilização mineral, com aumento na concentração e no estoque de macro e micronutrientes na planta, principalmente de P, Ca, Cu e Zn.
3. Há efeito residual de lodo de esgoto à produtividade florestal, em relação ao manejo de fertilização mineral, com aumento no volume de madeira, produção de biomassa área (lenho, casca, galho e folha) e biomassa de folhedo transferida para o solo.
4. De modo geral, há efeito residual de lodo de esgoto com aumento nos teores de metais pesados no solo e na planta de eucalipto, em relação ao manejo de fertilização mineral, contudo, não há contaminação do solo e nem toxidez às plantas de eucalipto por As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn.

Referências

ABREU JUNIOR, C. H.; MURAOKA, T.; OLIVEIRA, F. C. Carbono, nitrogênio, fósforo e enxofre em solos tratados com composto de lixo urbano. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 26, n. 3, p. 769–780, 2002.

ABREU JUNIOR, C. H.; BOARETTO, A. E.; MURAOKA, T.; KIEHL, J. C. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. **Tópicos em Ciência do Solo**, Viçosa, v. 4, n. 1, p. 391–470, 2005.

ALVARES, C. A.; STAPE, J. L.; SENTELHAS, P. C.; DE MORAES GONÇALVES, J. L. Modeling monthly mean air temperature for Brazil. **Theoretical and Applied Climatology**, Wien, v. 113, n. 3–4, p. 407–427, 2013.

ANDRADE, M. G. de; LIMA, A. S. T. de; MELO, W. J. de; SANTOS, E. J. dos; HERRMANN, A. B. Elementos-traço em dois latossolos após aplicações anuais de lodo de esgoto por treze anos. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 35, n. 1, p. 135–148, 2014.

ARRUDA, O. de; ALVES, M.; BONINI, C.; MARCHINI, D. de C. Atributos físicos de um Latossolo degradado tratado com biossólido há cinco anos. **Científica**, Jaboticabal, v. 41, n. 1, p. 73-81, 2013.

ATHAMENH, B.; SALEM, N.; ET-ZURAIQI, S.; SULEIMAN, W.; RUSAN, M. Combined land application of treated wastewater and biosolids enhances crop production and soil fertility. **Desalination and Water Treatment**, Hopkinton, v. 53, n. 12, p. 3283–3294, 2015.

BARREIROS, R. M.; GONÇALVES, J. L. D. M.; SANSÍGOLO, C. A.; POGGIANI, F. Modificações na produtividade e nas características físicas e químicas da madeira de Eucalyptus grandis causadas pela adubação com lodo de esgoto tratado. **Revista Árvore**, Viçosa, v. 31, n. 1, p. 103–111, 2007.

BASTA, N. T.; RYAN, J. A.; CHANEY, R. L. Trace element chemistry in residual-treated soil. **Journal of Environment Quality**, Madison, v. 34, n. 1, p. 49-63, 2005.

BELLOTE, A. F. J.; DEDECEK, R. A.; SILVA, H. D. da. Nutrientes minerais, biomassa e deposição de serapilheira em plantio de Eucalyptus com diferentes sistemas de manejo de resíduos florestais. **Pesquisa Florestal Brasileira**, Colombo, n. 56, p. 31–41, 2008.

BERTON, R. S. Riscos de contaminação do agrossistema com metais pesados. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000. 312 p.

BOUILLET, J.; LACLAU, J.; LEONARDO, J.; GONÇALVES, D. M.; VOIGTLAENDER, M. Eucalyptus and Acacia tree growth over entire rotation in single- and mixed-species plantations across five sites in Brazil and Congo. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 301, p. 89–101, 2013.

BOURIOUG, M.; ALAOUI-SOSSÉ, L.; LAFFRAY, X.; RAOUF, N.; BENBRAHIM, M.; BADOT, P.-M.; ALAOUI-SOSSÉ, B. Evaluation of sewage sludge effects on soil properties, plant growth, mineral nutrition state, and heavy metal distribution in European Larch Seedlings (*Larix decidua*). **Arabian Journal for Science and Engineering**, Heidelberg, v. 39, n. 7, p. 5325–5335, 2014.

BRALLIER, S.; HARRISON, R. B.; HENRY, C. L.; DONGSEN, X. Liming effects on availability of Cd, Cu, Ni and Zn in a soil amended with sewage sludge 16 years previously. **Water, Air, and Soil Pollution**, Dordrecht, v. 86, n. 1–4, p. 195–206, 1996.

BRASIL. Lei nº 12.305, 02 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 03 ago. 2010. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm>. Acesso em: 15 set. 2016.

BRASIL. Ministério das Cidades. Secretaria Nacional de Saneamento Ambiental, Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento - SNSA: **Diagnóstico dos serviços de água e esgotos – 2014**. Brasília, DF: SNSA/MCIDADES, 2016. 212 p.

CANTINHO, R. Z.; PONZONI, F. J.; SANTOS, S. B. dos. Estimativas de índice de área foliar de plantios de Eucalyptus spp. segundo três alternativas metodológicas. **Cerne**, Lavras, v. 20, n. 3, p. 485–492, 2014.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO - CETESB. Decisão de Diretoria Nº 045/2014/E/C/I, de 20 de fevereiro de 2014. **Diário Oficial do Estado de São Paulo**, Poder Executivo, São Paulo, 2014. Seção 1, p. 53.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. Resolução Nº 375, de 29 de agosto de 2006. Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 30 ago. 2006. Seção 1, p. 141-146.

COSCIONE, A. R.; SILVA, L. F. M.; DE MARIA, I. C.; ANDRADE, C. A. de; FERRACINI, V. L. Solução do Solo e Análise de Componentes Principais para Monitoramento da Aplicação de Lodo de Esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 38, n. 5, p. 1654–1662, 2014.

DAHLIN, S.; WITTER, E.; MÅRTENSSON, A.; TURNER, A.; BÅÅTH, E. Where's the limit? Changes in the microbiological properties of agricultural soils at low levels of metal contamination. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 29, n. 9–10, p. 1405–1415, 1997.

DECHEN, A. R.; NACHTIGALL, G. R. Micronutrientes. In: FERNANDES, M. S. **Nutrição mineral de plantas**. Viçosa: SBCS, 2006. p. 327-354.

EPSTEIN, E.; BLOOM, A. J. **Nutrição mineral de plantas**: princípios e perspectivas. 2. ed. Londrina: Editora Planta, 2006.

EUFRADE JUNIOR, H. J.; MELO, R. X. de; SARTORI, M. M. P.; GUERRA, S. P. S.; BALLARIN, A. W. Sustainable use of eucalypt biomass grown on short rotation coppice for bioenergy. **Biomass and Bioenergy**, Oxford, v. 90, p. 15–21, 2016.

FERRAZ, A. V. **Ciclagem de nutrientes e metais pesados em plantios de *Eucalyptus grandis* adubados com lodos de esgoto produzidos em diferentes estações de tratamento da região metropolitana de São Paulo**. 2009. 120 p. Dissertação (Mestrado em Recursos Florestais) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

FERRAZ, A. V. **Efeito residual do lodo de esgoto na produtividade e na ciclagem de nutrientes em plantios de *Eucalyptus grandis* e no cultivo de plantas alimentícias (simulando alterações do uso agrícola do solo)**. 2013. 159 f. Tese (Doutorado em Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

FIRME, L. P. **Produção de madeira e elementos potencialmente tóxicos no sistema solo-eucalipto tratado com lodo de esgoto**. 2009. 81 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

GOMES, S. B. V.; NASCIMENTO, C. W. A. do; BIONDI, C. M.; ACCIOLY, A. M. de A. Distribuição de metais pesados em plantas de milho cultivadas em Argissolo tratado com lodo de esgoto. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 36, n. 6, p. 1689–1695, 2006.

GONÇALVES, J. L. D. M. Recomendações de adubação para eucalyptus, pinus e espécies típicas da Mata Atlântica. **Documentos Florestais**, Piracicaba, n. 15, p. 1–23, 1995.

GONÇALVES, J. L. de M. Eucalipto. In: PROCHNOW, L. I.; CASARIN, V.; STIPP, S. R. **Boas práticas para uso eficientes de fertilizantes**. Piracicaba: IPNI, 2010. v. 3, cap. 8.

GONÇALVES, J. L. D. M.; VALERI, S. V. Eucalipto e pínus. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P. da; RAIJ, B. van; ABREU, C. A. de **Micronutrientes e elementos tóxicos na agricultura**. Jaboticabal: FUNEP, 2001. p. 393–423.

GONÇALVES, J. L. de M.; STAPE, J. L.; LACLAU, J.-P.; SMETHURST, P.; GAVA, J. L. Silvicultural effects on the productivity and wood quality of eucalypt plantations. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 193, n. 1–2, p. 45–61, 2004.

GONÇALVES, J. L. de M.; STAPE, J. L.; BENEDETTI, V.; FESSEL, V. A. G.; GAVA, J. L. Reflexos do cultivo mínimo e intensivo do solo em sua fertilidade e nutrição das árvores. In: GONÇALVES, J. L. de M.; BENEDETTI, V. (Ed.). **Nutrição e fertilização florestal**. Piracicaba: IPEF, 2005.p. 3–57.

GUEDES, M. C. **Ciclagem de nutrientes após aplicação de LE (biossólido) sobre Latossolo cultivado com *Eucalytus grandis***. 2005. 154 f. Tese (Doutorado em Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005.

GUEDES, M. C.; POGGIANI, F. Variação dos teores de nutrientes foliares em eucalipto fertilizado com biossólido. **Scientia Forestalis,** Piracicaba, n. 63, p. 188–201, 2003.

GUEDES, M. C.; ANDRADE, C. A. de; POGGIANI, F.; MATTIAZZO, M. E. Propriedades químicas do solo e nutrição do eucalipto em função da aplicação de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 30, n. 2, p. 267–280, 2006.

GUIDI NISSIM, W.; PITRE, F. E.; TEODORESCU, T. I.; LABRECQUE, M. Long-term biomass productivity of willow bioenergy plantations maintained in southern Quebec, Canada. **Biomass and Bioenergy**, v. 56, p. 361–369, 2013.

GUO, L.; SIMS, R. E. Eucalypt litter decomposition and nutrient release under a short rotation forest regime and effluent irrigation treatments in New Zealand: II. internal effects. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 34, n. 7, p. 913–922, 2002.

GUO, L. B.; SIMS, R. E. H.; HORNE, D. J. Biomass production and nutrient cycling in Eucalyptus short rotation energy forests in New Zealand: II. Litter fall and nutrient return. **Biomass and Bioenergy**, Oxford, v. 30, n. 5, p. 393–404, 2006.

HARRISON, R.; XUE, D.; HENRY, C.; COLE, D. W. Long-term effects of heavy applications of biosolids on organic matter and nutrient content of a coarse-textured forest soil. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 66, n. 1–3, p. 165–177, 1994.

IMAGEJ. ImageJ User Guide. **IJ 1.46r**, Bethesda, 2003. p. 187.

KABATA-PENDIAS, A. **Trace elements in soils and plants**. 4. ed. Boca Raton: CRC Press, 2011.

KREBS, R.; GUPTA, S. K.; FURRER, G.; SCHULIN, R. Solubility and Plant Uptake of Metals with and without Liming of Sludge-Amended Soils. **Journal of Environmental Quality**, Madison, v. 27, p. 18–23, 1998.

LACLAU, J.-P. P.; BOUILLET, J.-P. P.; RANGER, J. Dynamics of biomass and nutrient accumulation in a clonal plantation of Eucalyptus in Congo. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 128, n. 3, p. 181–196, 2000.

LE MAIRE, G.; MARSDEN, C.; NOUVELLON, Y.; STAPE, J.-L.; PONZONI, F. Calibration of a Species-Specific Spectral Vegetation Index for Leaf Area Index (LAI) Monitoring: Example with MODIS Reflectance Time-Series on Eucalyptus Plantations. **Remote Sensing**, Basel, v. 4, n. 12, p. 3766–3780, 2012.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G.C.; OLIVEIRA, A.S. **Avaliação do estado nutricional das plantas:** princípios e aplicações. 2. ed. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 1997. 319 p.

MALDONADO, C. A. B. **Fertilidade do solo, nutrição e crescimento de plantas de eucalipto ao longo de 46 meses após aplicação de LE**. 2009. 111 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

MANDAL, B.; HAZRA, G.; MANDAL, L. N. Soil management influences on zinc desorption for rice and maize nutrition. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 64, n. 5, p. 1699-1705, 2000.

MARSCHNER, P. **Marschner´s mineral nutrition of higher plants**. 3. ed. London: Academic Press, 2012.

McBRIDE, M. B. Toxic metal accumulation from agricultural use of sludge: Are USEPA regulations protective? **Journal of Environment Quality**, Madison, v. 24, n. 1, p. 5-18, 1995.

MELO, E.; GONÇALVES, J.; ROCHA, J.; HAKAMADA, R.; BAZANI, J.; WENZEL, A.; ARTHUR, J.; BORGES, J.; MALHEIROS, R.; LEMOS, C.; FERREIRA, E.; FERRAZ, A. Responses of Clonal Eucalypt Plantations to N, P and K Fertilizer Application in Different Edaphoclimatic Conditions. **Forests**, Basel, v. 7, n. 1, p. 2, 2015. DOI:10.3390/f7010002.

MORETTI, S. M. L.; BERTONCINI, E. I.; VITTI, A. C.; ALLEONI, L. R. F.; ABREU-JUNIOR, C. H. Concentration of Cu, Zn, Cr, Ni, Cd, and Pb in soil, sugarcane leaf and juice: residual effect of sewage sludge and organic compost application. **Environmental Monitoring and Assessment**, Dordrecht, v. 188, n. 3, p. 163, 2016. DOI: 10.1007/s10661-016-5170-1.

MOSQUERA-LOSADA, M. R.; FERREIRO-DOMINGUEZ, N.; RIGUEIRO-RODRIGUEZ, A. Fertilization in pastoral and Pinus radiata D. Don silvopastoral systems developed in forest and agronomic soils of Northwest Spain. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, Amsterdam, v. 139, n. 4, p. 618–628, 2010.

NASCIMENTO, A. L.; SAMPAIO, R. A.; JUNIO, G. R. Z.; CARNEIRO, J. P.; FERNANDES, L. A.; RODRIGUES, M. N. Teores de metais pesados no solo e em girassol adubado com lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 18, n. 3, p. 294–300, 2014.

NETO, C. J. G.; HAKAMADA, R. E.; OTTO, M. S. G.; SILVA, S. R.; STAPE, J. L. Calibration of two indirect methods for estimating the leaf area index in Eucalyptus plantations. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, v. 43, n. 108, p. 919-930, 2015.

NOGUEIRA, T.; OLIVEIRA, L. R.; DE MELO, W. J.; FONSEEA, I. M.; DE MELO, G. M. P.; DE MELO, V. P.; MARQUES, M. O. Cádmio, cromo, chumbo e zinco em plantas de milho e em latossolo após nove aplicações anuais de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, Viçosa, v. 32, n. 5, p. 2195–2207, 2008.

NOGUEIRA, T. A. R.; DEMELO, W. J.; FONSECA, I. M.; MARQUES, M. O.; HE, Z. Barium uptake by maize plants as affected by sewage sludge in a long-term field study. **Journal of Hazardous Materials**, Amsterdam, v. 181, n. 1–3, p. 1148–1157, 2010a.

NOGUEIRA, T. A. R.; MELO, W. J.; FONSECA, I. M.; MARCUSSI, S. A.; MELO, G. M. P.; MARQUES, M. O. Fractionation of Zn, Cd and Pb in a tropical soil after nine-year sewage sludge applications. **Pedosphere**, Beijing, v. 20, n. 5, p. 545–556, 2010b.

NOGUEIROL, R. C.; DE MELO, W. J.; BERTONCINI, E. I.; ALLEONI, L. R. F. Concentrations of Cu, Fe, Mn, and Zn in tropical soils amended with sewage sludge and composted sewage sludge. **Environmental Monitoring and Assessment**, Dordrecht, v. 185, n. 4, p. 2929–2938, 2013.

NOUVELLON, Y.; LACLAU, J. P.; EPRON, D.; KINANA, A.; MABIALA, A.; ROUPSARD, O.; BONNEFOND, J. M.; LE MAIRE, G.; MARSDEN, C.; BONTEMPS, J. D.; SAINT-ANDRÉ, L. Within-stand and seasonal variations of specific leaf area in a clonal Eucalyptus plantation in the Republic of Congo. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 259, n. 9, p. 1796–1807, 2010.

OLIVEIRA, F. C.; MATTIAZZO, M. E. Heavy metals in an oxisol treated with sewage sludge and in sugarcane plants. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 58, n. 3, p. 581–593, 2001.

OLIVEIRA, C.; SOBRINHO, N. M. B. A.; MARQUES, V. S.; MAZUR, N. Efeitos da aplicação do lodo de esgoto enriquecido com cádmio e zinco na cultura do arroz. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 29, n. 1, p. 109–116, 2005.

PAIVA, H. N. de; DE CARVALHO, J. G.; SIQUEIRA, J. O.; FERNANDES, A. R.; DE MIRANDA, J. R. P. Efeito da aplicação de doses crescentes de níquel sobre o teor e o conteúdo de nutrientes em mudas de ipê-roxo (*Tabebuia impetiginosa* (Mart.) Standley). **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n. 63, p. 158–166, 2003.

PANDA, S. K.; BALUŠKA, F.; MATSUMOTO, H. Aluminum stress signaling in plants. **Plant Signaling & Behavior**, Georgetown, v. 4, n. 7, p. 592–597, 2009.

RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGIO, J. A.; FURLANI, A. M. C. Florestais. In: _____. **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2. ed. Campinas: Instituto Agronômico; Fundação IAC, 1996. p. 245-260. (Boletim Técnico, 100).

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

RANCE, S. J.; MENDHAM, D. S.; CAMERON, D. M. Assessment of leaf mass and leaf area of tree crowns in young Eucalyptus grandis and E. globulus plantations from measurements made on the stems. **New Forests**, Heidelberg, v. 45, n. 4, p. 523–543, 2014.

ROCHA, G. N.; GONÇALVES, J. L. M.; MOURA, I. M. Mudanças da fertilidade do solo e crescimento de um povoamento de Eucalyptus grandis fertilizado com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, n. 4, p. 623–639, 2004.

ROLIM, G. S.; SENTELHAS, P. C.; BARBIERI, V. Planilhas no ambiente EXCEL™ para os cálculos de balanços hídricos: normal, seqüencial, de cultura e de produtividade real e potencial. **Revista Brasileira de Agrometeorologia**, Santa Maria, v. 6, n. 1, p. 133-137, 1998.

ROZENDAAL, D. M. A.; HURTADO, V. H.; POORTER, L. Plasticity in leaf traits of 38 tropical tree species in response to light; relationships with light demand and adult stature. **Functional Ecology**, Oxford, v. 20, n. 2, p. 207–216, 2006.

SAS INSTITUTE. **SAS software 9.3. Cary: Statistical Analysis System Institute, 2012**. http://www.sas.com/pt_br/home.html.

SAMPAIO, T. F.; GUERRINI, I. A.; OTERO, X. L.; VAZQUEZ, F. M.; BOGIANI, J. C.; OLIVEIRA, F. C.; GAVA, J. L.; CIOL, M. A.; LITTKE, K. M.; HARRISON, R. B. The impact of biosolid application on soil and native plants in a degraded Brazilian Atlantic Rainforest soil. **Water, Air, and Soil Pollution**, Dordrecht, v. 227, n. 1, 2016. DOI: 10.1007/s11270-015-2689-7.

SCHUMACHER, F. X.; HALL, F. S. Logarithmic expression of the timber volume. **Journal of Agricultural Research**, Washington, DC, v. 47, n. 9, p. 719-34, 1933.

SCOLFORO, J. R. S.; THIERSCH, C. R. **Biometria florestal:** medição, volumetria e gravimetria. Lavras: UFLA/FAEPE, 2004. 285 p.

SETTE JUNIOR, C. R.; TOMAZELLO FILHO, M.; LOUSADA, J. L.; LACLAU, J. P. Sazonalidade do incremento em diâmetro do tronco de árvores de *Eucalyptus grandis* pelo uso de dendrômetros. **Ciência Florestal**, Piracicaba, v. 22, n. 4, p. 771-783, 2012.

SILVA, C. A.; RANGEL, O. J. P.; BETTIOL, W.; MANZATO, C. V.; BOEIRA, R. C.; DYNIA, J. F. Dinâmica de metais pesados em latossolo adubado com lodo de esgoto e em plantas de milho. In: BETTIOL, W.; DE CAMARGO, O. A. **Lodo de esgoto**: impactos ambientais na agricultura. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2006. cap. 4, p. 45-77.

SILVA, P. H. M. da. **Produção de madeira, ciclagem de nutrientes e fertilidade do solo em plantios de eucalyptus grandis, após aplicação de lodo de esgoto**. 2006. 117 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola Superior de Agricultura " Luiz de Queiroz", Universidade de Sâo Paulo, Piracicaba, 2006.

SILVA, P. H. M. da; POGGIANI, F.; LACLAU, J. P. Applying Sewage Sludge to Eucalyptus grandis Plantations: Effects on Biomass Production and Nutrient Cycling through Litterfall. **Applied and Environmental Soil Science**, New York, v. 2011, p. 1–11, 2011.

SILVA, P. H. M. da; POGGIANI, F.; GONÇALVES, J. L. de M.; STAPE, J. L. Volume de madeira e concentração foliar de nutrientes em parcelas experimentais de Eucalyptus grandis fertilizadas com lodos de esgoto úmido e seco. **Revista Árvore**, Viçosa, v. 32, n. 5, p. 845–854, 2008.

SINGH, R. P.; AGRAWAL, M. Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. **Waste Management**, New York, v. 28, n. 2, p. 347–358, 2008.

SIVAPATHAM, P.; LETTIMORE, J. M.; ALVA, A. K.; JAYARAMAN, K.; HARPER, L. M. Chemical fractionation of Cu, Zn, Cd, Cr, and Pb in sewage sludge amended soils at the end of 65-d sorghum-sudan grass growth. **Journal of Environmental Science and Health. Part A, Toxic/Hazardous Substances & Environmental Engineering**, Oxon, v. 49, n. 11, p. 1304–1315, 2014.

STAPE, J. L.; BINKLEY, D.; RYAN, M. G. Production and carbon allocation in a clonal Eucalyptus plantation with water and nutrient manipulations. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 255, n. 3–4, p. 920–930, 2008.

STAPE, J. L.; BINKLEY, D.; RYAN, M. G.; FONSECA, S.; LOOS, R. A.; TAKAHASHI, E. N.; SILVA, C. R.; SILVA, S. R.; HAKAMADA, R. E.; FERREIRA, J. M. de A.; LIMA, A. M.

N. N.; GAVA, J. L.; LEITE, F. P.; ANDRADE, H. B.; ALVES, J. M.; SILVA, G. G. C. C.; AZEVEDO, M. R. The Brazil Eucalyptus Potential Productivity Project: Influence of water, nutrients and stand uniformity on wood production. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 259, n. 9, p. 1684–1694, 2010.

TAIZ, L.; ZEIGER, E.; MØLLER, I. M.; MURPHY, A. **Plant physiology and development**. Sunderland: Sinauer Associates, 2015.

THORNTHWAITE, C. W.; MATHER, J. R. The water balance. **Publications in Climatology**, Centerton, NJ, v. 8, n. 1, p. 1-104, 1955.

USEPA. **Method 3050B:** Acid digestion of sediments, sludges, soils. Revision 2. Washington, DC, 1996.

USEPA. **Method 3051a:** Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. Revision 1. Washington, DC, 2007. 30 p.

VAN NEVEL, L.; MERTENS, J.; OORTS, K.; VERHEYEN, K. Phytoextraction of metals from soils: How far from practice? **Environmental Pollution**, Barking, v. 150, n. 1, p. 34–40, 2007.

VELASCO-MOLINA, M.; MATTIAZZO, M.; ANDRADE, C. A.; POGGIANI, F. Nitrogênio e metais pesados no solo e em árvores de eucalipto decorrentes da aplicação de biossólido em plantio florestal. Scientia Forestalis, Piracicaba, n. 71, p. 25–35, 2006.

VIERA, M.; SCHUMACHER, M. V. Concentração e retranslocação de nutrientes em acículas de *Pinus taeda* L. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 19, n. 4, p. 375-382, 2009.

VODYANITSKII, Y. N. Contamination of soils with heavy metals and metalloids and its ecological hazard (analytic review). **Eurasian Soil Science**, Heidelberg, v. 46, n. 7, p. 793–801, 2013.

VYTOPILOVÁ, M.; TEJNECKÝ, V.; BORŮVKA, L.; DRÁBEK, O. Sorption of heavy metals in organic horizons of acid forest soils at low added concentrations. **Soil and Water Research**, Praha, v. 10, n. 1, p. 1–9, 2015.

WADT, P. G. S.; NOVAIS, R. F. de. Influência da idade da árvore na interpretação do estado nutricional de *Eucalyptus grandis*, pelos métodos do Nivel Crítico e do DRIS. In: IUFRO CONFERENCE ON SILVICULTURE AND IMPROVEMENT OF EUCALYPTUS, 1997, Salvador, BA. **Anais...** Salvador, BA: EMBRAPA, 1997. v. 3, p. 262-268.

WALTER, I.; MARTÍNEZ, F.; ALONSO, L.; GABRIELA CUEVAS, J. de G. Extractable soil heavy metals following the cessation of biosolids application to agricultural soil. **Environmental Pollution**, Barking, v. 117, n. 2, p. 315–321, 2002.

WHITE, D. A.; BATTAGLIA, M.; MENDHAM, D. S.; CROMBIE, D. S.; KINAL, J.; MCGRATH, J. F. Observed and modelled leaf area index in Eucalyptus globulus plantations: Tests of optimality and equilibrium hypotheses. **Tree Physiology**, Victoria, v. 30, n. 7, p. 831–844, 2010.

WIEDENHOEFT, A. C. **Plant nutrition**. New York: Chelsea House, 2006.

YADA, M. **Metais pesados, atributos químicos e bioquímicos em latossolos e plantas de milho após aplicação de lodo de esgoto por dezesseis anos consecutivos**. 2014. 88 f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Jaboticabal, 2014.

YADA, M. M.; MELO, W. J. de; MINGOTTE, F. L. C.; MELO, V. P. de; MELO, G. M. P. de. Chemical and biochemical properties of oxisols after sewage sludge application for 16 years. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 5, p. 1303–1310, 2015.

3 METAIS PESADOS EM SOLOS, COM EFEITO RESIDUAL DE LODO DE ESGOTO, CULTIVADOS COM PLANTAÇÕES DE EUCALIPTO

Resumo

Estudos têm evidenciado que o manejo de lodo de esgoto (LE) em área agrícola aumenta a fertilidade do solo, nutrição mineral e ciclagem de nutrientes. Porém, existe o risco de contaminação por metais pesados. No Brasil, a Resolução N° 375/2006, do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), apresenta as normas e critérios para uso agrícola do LE. Para o Estado de São Paulo, a decisão Nº 045/2014/E/C/I, da Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB), define os valores de referência de qualidade (VRQ), valores de prevenção (VP) e valores de intervenção (VI) do solo, para os teores de sustâncias inorgânicas (metais pesados). Nesta pesquisa, objetivou-se avaliar a qualidade do solo quanto aos teores de metais pesados em áreas tratadas com diferentes tipos e doses de LE e cultivadas com plantas de eucalipto, entre 10 a 17 anos do resíduo no solo. O estudo foi realizado em cinco áreas experimentais, em Itatinga-SP (quatro) e Angatuba-SP (uma), com solos de textura arenosa (dois) e textura média (três). Os lodos de esgoto foram oriundos das estações de tratamento de esgoto de Jundiaí-SP, Barueri-SP e da região metropolitana de São Paulo-SP. Nestas áreas, os tratamentos foram: fertilização mineral (FM), controle e doses e tipos de LE. Os delineamentos foram em blocos ao acaso, com 5 tratamentos e 4 repetições para quatro experimentos e com 8 tratamentos e 3 repetições para um experimento. Os resultados evidenciaram que houve efeito residual de LE em comparação ao manejo com FM nos atributos do solo e nos teores de metais pesados, principalmente, em doses mais altas. Houve efeito residual do LE no aumento de SB e V%, no LVAd de textura arenosa e LVd de textura média; aumento de MO e CTC, no RQo de textura arenosa; e aumento de MO, SB, H+Al, CTC e V% nos dois LVAd de textura média. Os teores de As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn no solo, de modo geral, permaneceram abaixo dos VP. Contudo, houve relação entre as doses de aplicação do lodo e os teores de metais pesados no solo, ou seja, quanto maior a dose, maiores foram os teores residuais dos metais pesados, sendo tal efeito, mais incrementado nos solos de textura arenosa. Concluiu-se que há efeito residual da aplicação de LE no solo, em relação ao manejo de fertilização mineral, com aumento de teores de metais pesados. Contudo, não há contaminação do solo por metais pesados como efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em áreas de cultivo de eucalipto.

Palavras-chave: Lodo de esgoto. Atributos do solo. Eucalipto. Metais pesados. Valores orientadores.

HEAVY METALS IN SOILS WITH RESIDUAL EFFECT OF SEWAGE SLUDGE, CULTURED WITH EUCALYPTUS PLANTATION

Abstract

Some studies have proved that the management of sewage sludge (SS) in agricultural areas increase soil fertility, mineral nutrition and cycling of nutrients. However, there is a risk of pollution by heavy metals. At Brazil, the resolution N° 375/2006, of the Environmental National Council (CONAMA) presents the normative and the methods for the agricultural use of SS. In the case of São Paulo state, the decision Nº 045/2014/E/C/I of the Environmental Company of São Paulo state (CETESB), define the reference values for quality (VRQ), prevention (VP) and intervention for soils according to the concentration of inorganic substances (heavy metals). In the present research, the objective was to evaluate the quality of the soil according to the contents of heavy metals in areas treated with different types and doses of SS and cultured with eucalyptus trees, with the sludge being 10-17 years in the soil. The study was carried out in five experimental areas, at Itatinga-SP (four) and Angatuba-SP (one), with sandy soil (two) and loamy soils (three). The used sewage sludges came from the sewage treatment plant of Jundiaí-SP, Barueri-SP and from the metropolitan area of São Paulo-SP. In these areas, the treatments were: mineral fertilization (MF) control and different doses and types of SS. The experimental designs were randomized block, with 5 treatments and 4 replicates for four of the experiments, and with 8 treatments and 3 replicates for one of them. The results showed that there was residual effect of SS in comparison with the use of MF in the soil properties and in the contents of heavy metals, especially in the treatments with the highest doses. There was a residual effect of SS in the increase of SB and V% in the LVAd of sandy texture and in the LVd of loamy texture; increase of OM and CEC in the RQo of sandy texture; and increase of OM, SB, H+Al, CEC and V% in the two LVAd soils of loamy texture. The contents of As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se and Zn in the soil were generally lower than the VP. However, there was relation between the doses of sludge and the contents of heavy metals in the soil, i.e., the higher the effect of the dose, the higher the increase in the sandy soils. It was concluded that there is a residual effect of the application of SS in comparison with the use of mineral fertilization, with an increase in the contents of heavy metals. However, there was no soil pollution by heavy metals as a residual effect of the application of sewage sludge in the areas cultured with eucalyptus.

Keywords: Sewage sludge. Soil properties. Eucalyptus. Heavy metals. Guiding values.

3.1 Introdução

O lodo de esgoto (LE) é um resíduo das estações de tratamento de esgotos, rico em matéria orgânica e nutrientes, que também proporciona melhorias as propriedades físicas do solo (WALTER et al., 2002; ABREU JUNIOR et al., 2005; COSCIONE et al., 2014). Por causa dessas características é aplicado no solo para fertilização de espécies vegetais. Contudo, esta prática tem sido muito questionada, por exemplo, porque neste resíduo quantidades de metais pesados estão presentes, que podem se transferir para as plantas e animais, sobretudo, com aplicações sucessivas em doses altas.

No lodo de esgoto, diferentes fatores exercem influência quanto à presença de metais pesados, especialmente, as características de qualidade do LE, tipo de processo seguido e forma de condicionamento nas estações de tratamento (SINGH; AGRAWAL, 2008).

Mesmo assim, o manejo do LE para uso agrícola, com destaque para as áreas florestais, pelo motivo dos produtos madeireiros em geral estar menos relacionado diretamente com a cadeia alimentar humana, é na prática a alternativa mais viável do ponto de vista ambiental, principalmente, porque os nutrientes podem retornarem ao solo, através do processo de ciclagem de nutrientes, e pela justificativa de sua reciclagem ou disposição final ser mais factível que o despejo diretamente em aterro sanitário.

Além disso, outros produtos quando aplicado no solo podem contribuir para aumentar os teores de metais pesados, com destaque os fertilizantes e compostos químicos, rejeitos de depósito de cinza, escória e outras fontes minerais (VODYANITSKII, 2013).

No solo, os metais pesados estão distribuídos em várias formas tais como nas fases sólidas, íons livres na solução do solo, complexos minerais orgânicos solúveis, ou adsorvido em partículas coloidais (SINGH; AGRAWAL, 2008). Porém, com base em resultados de pesquisas, verifica-se que o comportamento destes elementos são dependentes do pH, da capacidade de troca catiônica (CTC), da fração granulométrica fina (<0,02 mm), matéria orgânica e hidróxidos (sobretudo, Fe, Mn e Al) e microrganismos (KABATA-PENDIAS, 2011).

Dentre os metais pesados alguns são essenciais às plantas e/ou animais (por exemplo, Zn, Cu, Mn, Ni e Mo) e os sintomas de deficiências podem ser observados quando os teores no solo são baixo ou quando as condições ambientais limitam a sua disponibilidade, mas que em quantidades elevadas podem ser tóxicas, enquanto, outros elementos (por exemplo, Hg, Cd, Pb, Tl e As) não têm função biológica bem definida e são intrinsecamente tóxicos, mesmo em baixos valores (MCGRATH; ZHAO, 2015).

Em área de plantio de eucalipto, a fitodisponibilidade de metais pesados em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO de textura arenosa não foi alterada por Cu, Ni e Zn, enquanto, dentre estes nutrientes, o Zn foi único metal a se movimentar no perfil do solo, decorrente da aplicação de lodo de esgoto no solo (ANDRADE; MATTIAZZO, 2000). No entanto, outros estudos demonstram aumento de teores de metais pesados relativo à aplicação de lodo de esgoto no solo, embora, as quantidades não causam contaminação do solo ou toxicidade em plantas (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001c; NOGUEIRA et al., 2008, 2013; MERLINO et al., 2010; NOGUEIROL et al., 2013; ANDRADE et al., 2014; COSCIONE et al., 2014; YADA, 2014; SAMPAIO et al., 2016). Mesmo assim, têm-se observado que muitos estudos sobre o potencial de contaminação do lodo de esgoto no solo, em geral, foram de curto prazo, sem aplicações repetidas e/ou em dose baixa do resíduo (MARRON, 2015). Porque, mudanças nos teores de metais pesados podem ocorrer de longo prazo e com aplicações sucessivas, principalmente, em dose alta (FANG; WEI; LIU, 2016).

Por causa do perigo potencial que o acúmulo de metais pesados, decorrentes da aplicação de LE no solo apresenta para as plantas, organismos do solo, seres humanos e animais, vários países colocam limites à aplicação desse resíduo em solo agrícola (BERTON, 2000). Nesse contexto, é plausível a realização de pesquisas para monitorar os teores de metais pesados no solo em virtude da aplicação de LE em áreas agrícolas, que no caso especifico do Brasil é regulamentada principalmente pela resolução N° 375/2006 do Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA (CONAMA, 2006) que define os critérios e procedimentos para o uso agrícola do LE e, particularmente, para o Estado de São Paulo, pela decisão de diretoria Nº 045/2014/E/C/I, que fixou os valores orientadores de qualidade do solo quanto aos teores de metais pesados no solo para uso agrícola (CETESB, 2014).

Portanto, nesta pesquisa, elaborou-se a seguinte hipótese: “em relação ao manejo de fertilização mineral, o efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em plantações de eucalipto não causa contaminação do solo quanto aos metais pesados oriundos do lodo de esgoto”. Para tal, objetivou-se avaliar a qualidade do solo quanto aos teores de metais pesados em áreas tratadas com diferentes tipos e doses de lodo de esgoto e cultivadas com plantas de eucalipto, entre 10 a 17 anos do resíduo no solo.

3.2 Material e métodos

3.2.1 Descrição das áreas experimentais

Está pesquisa foi desenvolvida em cinco áreas experimentais, ao qual uma foi implantada em dezembro de 2004 na Fazenda Entre Rios (FER), da Companhia Suzano Papel e Celulose, em Angatuba-SP, a 22º59'S e 48º41'W e 648 m de altitude. As outras, as áreas AE - 6, AE-28, AE-30 e AE-37 foram implantadas em março de 1998, maio de 2005, março de 1998 e abril de 2003, respectivamente, na Estação Experimental de Ciências Florestais de Itatinga (EECFI), vinculada ao Departamento de Ciências Florestais da ESALQ/USP, em Itatinga-SP, a 23°03'S e 48°37'W e 714 m de altitude. Angatuba e Itatinga apresentam clima Cfa, pela classificação climática de Köppen, que é do tipo temperado úmido com verão quente, com possibilidade de ocorrência de geadas nos meses de inverno e de chuvas distribuídas ao longo de todos os meses do ano. A média histórica para a precipitação acumulada anualmente é cerca de 1300 mm e média mensal da temperatura próximo de 20 °C (Figura 3.1).

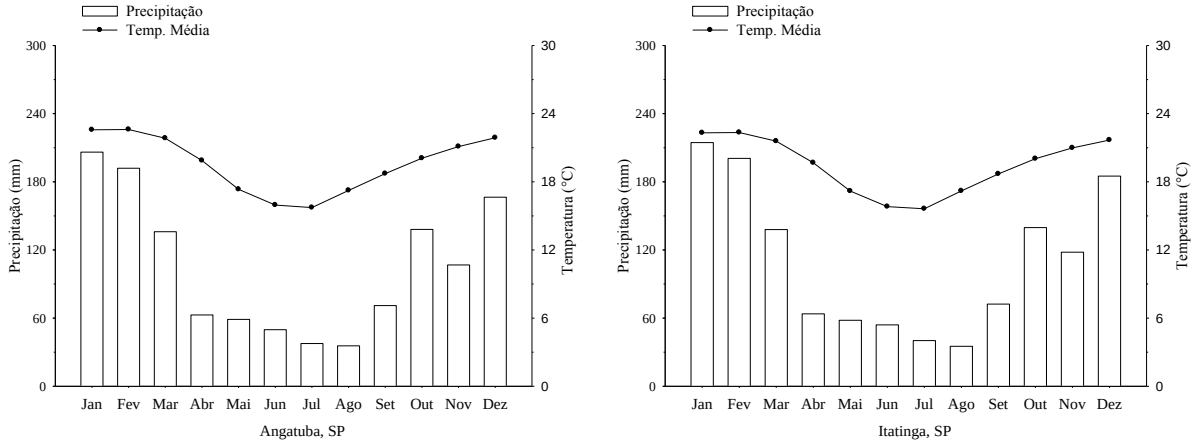

Figura 3.1 - Distribuição normal da precipitação (mm) e temperatura média (°C) do município de Angatuba, SP (22º59'S e 48º41'W) e Itatinga, SP (23º03'S, 48º37'W), de acordo com a série histórica de 1950 a 1990 (ALVAREZ et al., 2013)

No experimento da FER o solo foi classificado como LATOSSOLO VERMELHO Distrófico (LVd) na área mais planta e NEOSSOLO QUARTZARÊNICO Órtico (RQo) na parte com declividade inferior a 10 %, com textura arenosa, nessa ordem (FIRME, 2009). Na EECFI os solos de cada área experimental foram classificados da seguinte maneira: AE-16 em LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico (LVAd), de textura arenosa; AE-28 e AE-37 em LVAd, de textura média; e AE-30 em LVd, de textura média (FERRAZ, 2013).

Em todas as áreas experimentais foram realizadas amostragem de solo antes da instalação dos experimentos. Quanto as caracterizações químicas, em geral, os solos apresentavam baixos teores de macro, tal como P e K, e micronutrientes, por exemplo B e Zn, exceto de Fe, respectivamente, pH ácido e acidez total alta, e os atributos físicos evidenciavam textura arenosa para os experimentos da FER e AE-16 e textura média para as outras áreas (Tabela 3.1).

Tabela 3.1 - Caracterização química e física (areia = Are, silte = Sil, argila = Arg) dos solos, em diferentes profundidades (Prof), antes da instalação dos tratamentos nas áreas experimentais (Exp) AE-16, AE-28, AE-30, AE-37, da Estação Experimental de Ciências Florestais, em Itatinga-SP, e FER, da Fazenda Entre Rios, em Angatuba-SP

Exp	Prof	pH $CaCl_2$	MO	N	P	K	Ca	Mg	S	H+Al	SB	CTC	Al^{+3}	V
	--cm--	0,01 mol L^{-1}	-- g dm^{-3} --		-- mg dm^{-3} --		---------- $mmol_c$ dm^{-3} ----------							- % -
AE-16 (LVAd)	0-5	3,9	40	...	3	0,3	2	1	...	42	3,3	46	...	8
	5-10	3,9	30	...	4	0,4	3	1	...	58	4,4	63	...	8
	10-20	3,8	20	...	6	0,3	3	2	...	63	5,3	68	...	8
	20-40	3,8	11	...	6	0,2	3	2	...	44	5,2	49	...	11
AE-30 (LVd)	0-5	3,9	33	...	6	0,9	2	3	...	75	5,9	80	...	7
	5-10	3,8	29	...	9	0,4	9	5	...	74	14,4	88	...	16
	10-20	3,9	16	...	3	0,3	2	2	...	68	4,3	72	...	5
	20-40	3,7	15	...	4	0,2	5	2	...	66	7,2	73	...	10
FER (RQo)	0-20	3,6	20	0,4	7	0,3	1	1	1,2	40	2,5	43	...	6
	20-40	3,8	16	0,3	6	0,2	1	1	1,0	30	2,2	32	...	7
AE-28 (LVAd)	0-5	3,6	47	...	4	0,7	2	1	...	68	3,4	71	...	5
	5-10	3,8	25	...	2	0,4	1	1	...	49	2,4	51	...	5
	10-20	3,9	30	...	1	0,2	1	1	...	41	2,2	43	...	5
AE-37 (LVAd)	0-5	4,0	26	...	9	0,7	5	4	24	71	9,7	82	27	12
	5-10	4,0	17	...	6	0,6	3	2	30	57	5,6	63	24	8
	10-20	4,0	13	...	7	0,6	2	2	34	44	4,6	51	20	9

		m	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Ni	Cr	Cd	Pb	Are	Sil	Arg
		- % -	---------- mg kg^{-1} ----------									---------- % ----------		
AE-16 (LVAd)	0-20	...	0,2	1,6	71	0,4	1,6	...	...	...	...	83	5	12
	20-40	...	0,2	1,6	42	0,2	0,4	...	...	...	...	83	5	12
AE-30 (LVd)	0-20	...	0,2	5,0	31	2,4	0,6	...	...	...	...	63	11	26
	20-40	...	0,4	4,4	42	2,2	0,4	...	...	...	...	82	5	13
FER[(1)] (RQo)	0-20	...	0,4	0,4	91	1,3	4,0	0,03	0,01	0,003	0,60	84	4	12
	20-40	...	0,3	0,4	53	0,7	3,5	0,01	0,01	0,001	1,00	84	4	12
AE-28 (LVAd)	0-5	...	0,1	3,6	294	1,8	0,3	...	...	...	...	81	4	15
	5-10	...	0,2	2,2	103	0,7	0,2	...	...	...	...	78	4	18
	10-20	...	0,1	1,1	63	0,5	0,1	...	...	...	...	78	4	18
AE-37 (LVAd)	0-5	75	0,3	0,5	104	2,5	0,8	...	...	...	...	...	...	...
	5-10	84	0,2	0,6	76	1,1	0,4	...	...	...	...	...	...	...
	10-20	82	0,2	0,7	55	0,6	0,3	...	...	...	...	...	...	...

Nota: [(1)] Extração de B por água quente. ... Dado numérico não disponível. Análise química e física, conforme método de Raij et al. (1987) e Camargo et al. (1986), respectivamente. LVd = LATOSSOLO VERMELHO Distrófico; LVAd = LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico; RQo = NEOSSOLO QUARTZARÊNICO Órtico; MO = matéria orgânica; H+Al = acidez total; SB = soma de base; CTC = capacidade de troca catiônica; Al^{+3} = acidez ativa; V% = saturação por base; m = saturação por alumínio. Fonte: Adaptada de Silva (2006), Firme (2009) e Ferraz (2013).

3.2.2 Caracterização dos lodos de esgoto

O lodo de esgoto aplicado na área experimental da Fazenda Entre Rios, em 2004, foi produzido na ETE de Jundiaí-SP (LJ), que na época era tratado em sistema de lagoas aeradas de mistura completa, depois seguiam para lagoas de decantação, com o desaguamento feito com floculação à base de polímero catiônico, acompanhado de centrifugação e secagem em pátio revestido, com revolvimento mecânico (FIRME, 2009).

Na EECFI o LE aplicado no solo dos experimentos AE-16 e AE-30 foram produzidos pela ETE de Barueri, SP (LB), que em 1998, condicionava o lodo com cal hidratada e cloreto férrico, que proporcionava elevação da concentração de cálcio e caráter alcalino. No experimento AE-28 foi aplicado LE oriundo de três ETEs da região metropolitana de São Paulo, SP: ETE Barueri (LB) e São Miguel (LS), que em 2005, condicionavam o lodo com polieletrólito e da ETE do Parque Novo Mundo (LP), que nesse período era condicionado com CaO e $FeCl_3$, com isso proporcionava lodos com diferentes características químicas entre si (FERRAZ, 2013). Na área experimental AE-37, em 2003, foi aplicado o LE produzido, pela ETE de Barueri, SP, na forma úmido ou "torta" (LUB) e seco ou "granulado" (LSB), que nessa época condicionava o lodo com polieletrólito, em que deixava o pH próximo da neutralidade (SILVA, 2006).

Na caracterização química dos lodos de esgoto observaram-se que as concentrações para substâncias inorgânicas e/ou metais pesados estavam adequadas para uso agrícola, exceto para Zn no LSB da área AE-37, porque apresentava concentração maior que 2800 mg kg^{-1}, limite máximo permitido pela Resolução N° 375/2006 do CONAMA (CONAMA, 2006), e quanto aos atributos físicos para a umidade a 65°C (%) tiveram valor de 4 para o LSB e variação de 63 a 82 para os outros lodos de esgotos (Tabela 3.2).

Tabela 3.2 – Características (Caract) química e física dos lodos de esgotos aplicados nas áreas experimentais AE-16, AE-30, AE-28, AE-37, da Estação Experimental de Ciências Florestais, em Itatinga, SP e FER, da Fazenda Entre Rios, em Angatuba, SP, oriundos das seguintes Estações de Tratamentos de Esgotos (ETEs): AE-16 = Barueri (LB); AE-28 = região metropolitana de São Paulo (LP = Parque Novo Mundo, LS = São Miguel, LB = Barueri); AE-30 = Barueri (LB); AE-37 = Barueri (LUB = lodo úmido e LSB = lodo seco) e FER = Jundiaí (LJ)

Caract[(1)]	**AE-16**	**AE-28**			**AE-30**	**AE-37**		**FER**	**Conama**[(2)]
	LB	**LP**	**LS**	**LB**	**LB**	**LUB**	**LSB**	**LJ**	
pH $CaCl_2$ (0,01 mol L^{-1})	10,6	8,2	7,6	7,7	10,6	7,3	...	6,2[(3)]	...
Umidade a 65°C (%)	63	67	71	82	63	76	4	79	...
C/N	9,2	16,4	18,1	8,4	9,2	9,4	8,5	10,3	...
	---------- g kg^{-1} ----------								
Mat.Orgânica	116	507	538	558	116	546	530	...	...
Carb.Orgânico	172	280	298	308	172	308	295	340	...
$Nitrogênio_{total}$	19	17	16	37	19	33	35	33	...
Fósforo	9	29	25	45	9	38	38	8	...
Potássio	2,0	1,2	1,4	2,2	2,0	2,7	2,7	1,0	...
Cálcio	84	112	108	28	84	25	25	8	...
Magnésio	3,8	3,4	1,7	4,3	3,8	4,9	3,9	1,6	...
Enxofre	5,3	6,1	6,6	6,5	5,3	6,6	6,8	16,4	...
Sódio	0,6	0,9	2,3	1,1	0,6	0,6	0,9	1,0	...
Ferro	55	83	35	42	55	39	45	16	...
	---------- mg kg^{-1} ----------								
Manganês	300	289	328	369	300	194	300	483	...
Cobre	900	457	66	858	900	570	700	881	1500
Zinco	1632	1130	429	3026	1632	2380	3200	989	2800
Níquel	222	141	241	389	222	204	...	26	420
Boro	...	6	3	16	...	...	...	...	...
Molibdênio	...	...	...	...	...	...	...	ND[(4)]	50
Cádmio	21	5	2	7	21	19	...	11	39
Crômio	268	526	49	497	268	556	...	111	1000
Chumbo	200	76	36	220	200	130	...	85	300
Mercúrio	...	...	...	...	...	...	...	ND[(4)]	17
Arsênio	...	...	...	...	...	...	...	ND[(4)]	41
Selênio	...	...	...	...	...	...	...	ND[(4)]	100
Bário	...	...	...	...	...	...	...	273	1300

Nota: [(1)] Todos os valores de concentração são dados com base na matéria seca. [(2)] Concentrações máximas permitidas de substâncias inorgânicas no lodo de esgoto para uso agrícola, resolução N° 375/2006 do CONAMA (CONAMA, 2006). [(3)] pH em água. [(4)] ND - Não detectado, concentrações menores que 0,1 mg kg^{-1}, limite analítico utilizado, quantificação por ICP-OES. ¨ Dado numérico não disponível. Observação: Método para substâncias inorgânicas foi SW-846-3051a (USEPA, 2007). Fonte: Adaptada de Silva (2006), Firme (2009) e Ferraz (2013).

3.2.3 Tratamentos e desenvolvimento experimental

Os cinco experimentos das áreas experimentais FER, AE-16, AE-28, AE-30 e AE-37 foram instalados no mesmo espaçamento de plantio, de 3 metros entre as linhas e 2 metros entre as árvores (3 x 2 m). O delineamento experimental na Fazenda Entre Rios (FER) foi em bloco ao acaso, em esquema fatorial 4 x 4 x 4, com confundimento dos graus de liberdade da interação tripla, duas repetições distribuídas em oito blocos, com 16 tratamentos por bloco, totalizando 128 parcelas (FIRME, 2009; MALDONADO, 2009) e nas áreas experimentais da EECFI foram em blocos ao acaso, com 4 repetições para as áreas AE-16, AE-28 e AE-30 e 3 repetições na AE-37, com diferença nos números de tratamentos, respectivamente.

No experimento da FER a parcela útil, local onde efetivamente realizou-se as avaliações, possuía 20 árvores (4 x 5 árvores), com área de 120 m^2, envolta de bordadura simples de 22 árvores, fixada para evitar o efeito de borda e influência de um tratamento para outro. Na EECFI os experimentos possuíam parcela útil de 36 árvores (6 x 6 árvores), com área de 216 m^2, envolta de bordadura dupla de 64 árvores, exceto para o experimento da AE-37 que possuía bordadura simples de 28 árvores. Em cada área experimental a definição dos tratamentos e condução silvicultural realizou-se da seguinte maneira:

- **Área experimental AE-16:** em março de 1998 o experimento foi implantado, com mudas seminais de *Eucalyptus grandis* (GUEDES; POGGIANI, 2003; FERRAZ, 2013). Os tratamentos de interesse foram: T1 - controle absoluto, sem qualquer tipo de adubação (controle); T2 - correspondente a fertilização mineral (FM); T3, T4, T5, T6 e T7 - nas doses de 5, 10, 15, 20 e 40 t ha^{-1} de LE, nessa ordem (5LB, 10LB, 15LB, 20LB e 40LB, respectivamente), complementada com KCl; T8 - na dose de 10 t ha^{-1} do LE sem complementação mineral ($10LB^-$); T9 - na dose de 10 t ha^{-1} de LE, complementada com KCl e P_2O_5 ($10LB^+$). Nos tratamentos com LE, lodo oriundo da ETE de Barueri-SP (LB), a adição do resíduo foi em dose única nas entrelinhas de plantio, numa faixa próxima de 2 m, em julho de 1998. No tratamento FM foi adicionado 1,5 t ha^{-1} de calcário dolomítico (aplicado a lanço em área total), 110 kg ha^{-1} de fertilizante NPK 0-45-0 (disposto no sulco de plantio), 150 kg ha^{-1} de NPK 10-20-10 (disposto no sulco de plantio) e 80 kg ha^{-1} de NPK 20-0-20 (aplicado ao redor das mudas pós 45 dias do plantio). Aos 6 e 12 meses de plantio, aplicou-se 180 e 240 kg ha^{-1} de NPK 16-0-32, com adição de 0,3 % de boro e 0,5 % de zinco (numa faixa de 40 cm na entrelinha de plantio), reciprocamente. Em outubro de 2009, esse experimento foi submetido ao manejo com desbaste, na intensidade de 78 %, em que ficaram 22 árvores superiores por parcela, sendo 8 árvores na

área útil e 14 árvores na área de bordadura dupla (FERRAZ, 2013). Na presente pesquisa, há 17,2 anos da instalação do experimento e aplicação do lodo no solo, foram avaliados os seguintes tratamentos: 10LB, 20LB, 40LB, FM e controle. No delineamento experimental em blocos ao acaso, com 5 tratamentos e 4 repetições.

- **Área experimental AE-30:** em março de 1998 o experimento foi implantado, com mudas seminais de *Eucalyptus grandis* (FERRAZ, 2013). Os tratamentos de interesse foram: T1 - controle absoluto, sem adubação (controle); T2 - fertilização mineral convencional (FM); T3 e T4 - adubação com 10 e 20 t ha^{-1} de LE, complementada com KCl (10LB e 20LB); T5 - adubação com 10 t ha^{-1} de LE, com incorporação de KCl ($10LB^{i}$); T6 - adubação com 10 t ha^{-1} de LE, complementada com KCl e P_2O_5 ($10LB^{+}$) e T7 - Adubação com 10 t ha^{-1} de LE, complementada com KCl, P_2O_5 e NH_4NO_3 ($10LB^{++}$). A aplicação do LE, lodo oriundo da ETE de Barueri-SP (LB), nos tratamentos com esse resíduo foi conduzida em dose única nas entrelinhas de plantio, numa faixa cerca de 2 m de largura, em julho de 1998. No tratamento com FM a adubação foi similar a indicada para o experimento AE-16, bem como os métodos e períodos de aplicação da adubação de cobertura. Em novembro de 2009, foi conduzido desbaste na intensidade de 78 %, em que ficaram 22 árvores superiores por parcela e utilizou-se os mesmos procedimentos implementados no experimento AE-16. Na presente pesquisa, há 17,2 anos da instalação do experimento e aplicação do lodo no solo, foram avaliados os seguintes tratamentos: 10LB, 20LB; $10LB^{+}$, FM e controle. No delineamento experimental em blocos ao acaso, com 5 tratamentos e 4 repetições.

- **Área experimental da Fazenda Entre Rios (FER):** em dezembro de 2004 foi instalado o experimento com plantio de mudas clonais de *Eucalyptus grandis* (FIRME, 2009). Antes do plantio foi aplicado calcário dolomítico (PRNT = 95 %) a lanço, em área total, na dose de 1,8 t ha^{-1} e realizado controle de plantas daninhas, com herbicida. Os tratamentos foram constituídos por quatro doses de LE, lodo fornecido pela ETE de Jundiaí-SP (LJ), cerca de 0; 8; 15 e 23 t ha^{-1}, equivalentes a 0, 50, 100 e 150 % pelo critério recomendado de nitrogênio, segundo Resolução N° 375/2006 (CONAMA, 2006), aplicados em dose única superficialmente no solo em faixa continua cerca de 60 cm na linha de plantio e 20 cm de distância da planta; quatro doses de nitrogênio de cerca de 0; 50; 95 e 142 kg ha^{-1}, equivalentes a 0, 33, 67 e 100 % da dose recomendada de N; e quatro doses de fósforo de 0; 28; 60 e 84 kg ha^{-1}, equivalentes a 0, 33, 67 e 100 % da dose recomendada de P_2O_5. A concentração de potássio no LE é baixa, por isso foi aplicado em todos os tratamentos 175 kg ha^{-1} de K_2O, na forma de KCl,

correspondente a 14 % na adubação de base, e 12, 24 e 50 % na adubação de cobertura, aos 4, 10 e 12 meses pós plantio, exceto no tratamento com dose de 0 % de LE e fertilizantes minerais. A fertilização mineral (FM) de NPK foi baseada na recomendação técnica da Suzano para as áreas comerciais de eucalipto, que com base nas características físicas e químicas do solo foi de 142 kg ha^{-1} de N, 84 kg ha^{-1} de P_2O_5 e 188 kg ha^{-1} de K_2O. Até maio de 2015, não tinha sido conduzido nenhum corte de madeira no experimento. Nesse experimento, há 12,4 anos de instalação e aplicação do lodo no solo, foi conduzido o estudo nos tratamentos com a dose de 0; 8; 15 e 23 t ha^{-1} de LE, respectivamente (controle, 8LJ; 15LJ e 23LJ, reciprocamente), que foram referentes a dose de 0 % do recomendado para N e P, por essa ordem, e o tratamento com fertilização mineral (FM) completa, ou seja, na dose de 100 % do recomendado para N e P e 0 % de lodo de esgoto, todos localizados na área de NEOSSOLO QUARTZARÊNICO Órtico (RQo). No delineamento experimental em blocos ao acaso, com 5 tratamentos e 4 repetições.

- **Área experimental AE-28:** em maio de 2005 o experimento foi instalado, com mudas seminais de *Eucalyptus grandis* (FERRAZ, 2009, 2013). Os tratamentos de interesse foram: FM - tratamento com fertilização mineral; 15LB, 15LS e 15LP - tratamentos na dose de 15 t ha^{-1} de LE fornecidas pelas ETEs de Barueri (LB), São Miguel (LS) e Parque Novo Mundo (LP), respectivamente, complementados com adubação de KCl; e o tratamento controle (sem FM e LE). A aplicação do LE foi em dose única em faixas continuas cerca de 50 cm de largura nas linhas de plantio, em maio de 2005. A recomendação de adubação no tratamento FM foi de 1,5 t ha^{-1} de calcário dolomítico, aplicado a lanço em área total; 200 kg ha^{-1} do fertilizante NPK 6-30-6; adição de 80 kg ha^{-1} de FTE BR 12, aplicados em covetas laterais; e adubação de cobertura aos 3, 6 e 9 meses de plantio, na quantidade total de 200 kg ha^{-1} de NPK 18-6-24, aplicados em forma de coroa e ao redor das plantas. Em julho de 2010, aos 62 meses de idade foi realizado o corte raso das plantas e reforma da área. Na reforma foi conduzido controle de plantas daninhas e formigas cortadeira, e plantio de mudas clonais de *Eucalyptus grandis*, em janeiro de 2011, sendo que aos 3 meses de plantio foi aplicado em cada muda 45 g de KCl, com exceção daquelas pertencentes ao tratamento controle. No entanto, em junho e agosto de 2011 ocorreram geadas na área, que provocaram a morte da maioria das plantas e com isso foi necessário realizar a reforma da área. Em seguida, depois de dois meses (outubro/2011), realizou-se o plantio com mudas clonais de *Eucalyptus grandis*, e aos 3 e 9 meses de idade, foi aplicado em cada planta 45 g de KCl, exceto nas árvores do tratamento controle. Na presente pesquisa, há 10 anos de instalação do experimento e aplicação do lodo de

esgoto, foram avaliados os seguintes tratamentos: 15LB, 15LS, 15LP, FM e controle. No delineamento experimental em blocos ao acaso, com 5 tratamentos e 4 repetições.

- **Área experimental AE-37:** em abril de 2003 o experimento foi implantado, com mudas seminais de *Eucalyptus grandis* (SILVA, 2006; FERRAZ, 2013). Os tratamentos de interesse foram: fertilização mineral, com NPK, B e Zn (FM); LU e LS fornecido pela ETE de Barueri-SP (LUB e LSB, nessa ordem) nas doses (base seca) de 10, 20 e 30 t ha^{-1} (10LUB, 20LUB, 30LUB, 10LSB, 20LSB e 30LSB, respectivamente), com complementação de K e B na mesma quantidade que o tratamento FM, de modo respectivo; e o controle (sem LUB, LSB e FM). A aplicação do LE foi em dose única, com uma semana pós plantio. A FM foi de 1,5 t ha^{-1} de calcário dolomítico, aplicado a lanço em área total; 110 kg ha^{-1} de fertilizante NPK (0-45-0), distribuído no sulco de plantio; 150 kg ha^{-1} de NPK (10-20-10), disposto no sulco de plantio; e 80 kg ha^{-1} de NPK (20-0-20), aplicado ao redor das mudas pós 45 dias do plantio. A adubação de cobertura foi conduzida aos 6 e 12 meses pós plantio das mudas, com aplicação de 180 e 240 kg ha^{-1} de NPK, com adição de B e Zn (16-0-32, 0,3 % de boro e 0,5 % de zinco, reciprocamente), numa faixa continua de 40 cm na entrelinha de plantio, respectivamente. Em abril de 2008, aos 5 anos de plantio foi realizado a colheita da área e em seguida conduziu o experimento através do sistema de talhadia ou controle da brotação (2ª rotação), em que aplicou-se aos 3 e 9 meses de condução 75 kg ha^{-1} de KCl, nessa ordem. Na idade de 7 meses foi deixado apenas um fuste por touça. Em agosto de 2011, foi conduzida a colheita dessa área e posteriormente foi conduzido reforma do povoamento, com plantio de mudas clonais de *Eucalyptus grandis*, em setembro de 2011. Nesse ciclo de cultivo (3ª rotação) aos 3 e 9 meses de plantio, cada tratamento recebeu adubação mineral de 75 kg ha^{-1} de KCl, com exceção do tratamento controle, respectivamente. Para a presente pesquisa, há 12,2 anos da instalação do experimento e aplicação do lodo no solo, foram avaliados os seguintes tratamentos: 10LUB, 20LUB, 30LUB, 10LSB, 20LSB, 30LSB, FM e controle. No delineamento experimental em blocos ao acaso, com 8 tratamentos e 3 repetições.

O sistema de manejo escolhido inicialmente para condução do povoamento nas cinco áreas experimentais foi o de alto fuste, em que dependendo do período (mês/ano) passou por diferentes etapas silviculturais como desbaste (AE-16 e AE-30), corte raso (AE-28 e AE-37) e condução da brotação (AE-37). Na Tabela 3.3, pode-se observar, resumidamente, com mais detalhe as principais atividades realizadas em cada área experimental, desde o período inicial de implantação do experimento até o período de amostragem de solo.

Tabela 3.3 - Resumo histórico das principais atividades desenvolvidas nas áreas experimentais AE-16, AE-30, AE-28 e AE-37, da Estação Experimental de Ciências Florestais, em Itatinga-SP, e FER, da Fazenda Entre Rios, em Angatuba-SP, desde o plantio inicial das mudas de eucalipto à amostragem de solo

Mês/Ano	Etapa	Sistema de manejo/fase
	Área experimental AE-16	
Mar/1998	Plantio	Alto fuste/implantação
Jul/1998	Aplicação do lodo no solo	Alto fuste/implantação
Nov/2009	Desbaste	Alto fuste/manutenção
Mai/2015	Amostragem de solo	Alto fuste/manutenção
	Área experimental AE-30	
Mar/1998	Plantio	Alto fuste/implantação
Jul/1998	Aplicação do lodo no solo	Alto fuste/implantação
Nov/2009	Desbaste	Alto fuste/manutenção
Mai/2015	Amostragem de solo	Alto fuste/manutenção
	Área experimental FER (Fazenda Entre Rios)	
Dez/2004	Plantio	Alto fuste/implantação
Dez/2004	Aplicação do lodo no solo	Alto fuste/implantação
Mai/2015	Amostragem de solo	Alto fuste/manutenção
	Área experimental AE-28	
Mai/2005	Plantio	Alto fuste/implantação
Mai/2005	Aplicação do lodo no solo	Alto fuste/implantação
Jul/2010	Corte raso	Alto fuste /colheita
Jan/2011	Reforma/plantio	Alto fuste/implantação
Set/2011	Corte raso	Alto fuste /colheita
Out/2011	Reforma/plantio	Alto fuste/implantação
Mai/2015	Amostragem de solo	Alto fuste/manutenção
	Área experimental AE-37	
Abr/2003	Plantio	Alto fuste/implantação
Abr/2003	Aplicação do lodo	Alto fuste/implantação
Abr/2008	Corte raso	Alto fuste/colheita
Mar/2008	Condução da brotação	Talhadia/implantação
Ago/2011	Corte raso	Talhadia/colheita
Set/2011	Reforma/plantio	Alto fuste/implantação
Mai/2015	Amostragem de solo	Alto fuste/manutenção

Nota: Em todas as áreas experimentais o lodo de esgoto foi aplicado em dose única no solo.

3.2.4 Amostragem e análise química do solo

Foi realizada amostragem de solo, em maio de 2015, nas áreas pertencentes aos cinco experimentos. Nesta data, a aplicação de LE ocorreu há 17,2; 10; 17,2; 12,4 e 12,2 anos nas áreas experimentais AE-16; AE-28; AE-30; FER e AE-37, respectivamente. A coleta de terra foi realizada na camada de 0-5 cm de profundidade para determinação da matéria orgânica e 0-20 cm de profundidade para as análises dos metais pesados e outros atributos químicos do solo. As amostras de terra foram retiradas com trado holandês, em 12 pontos distribuídos aleatoriamente dentro da parcela útil de cada tratamento, nas linhas de plantios e nos locais em que foram aplicados o lodo de esgoto e fertilizantes minerais. Essas amostras foram agrupadas por parcela, profundidade, misturadas, homogeneizadas e secas ao ar até atingirem peso constante. Após a secagem, as amostras foram peneiradas em malha de 2 mm, homogeneizadas e levadas ao laboratório para determinação dos atributos químicos do solo, conforme método proposto por Raij et al. (2001). Para determinação dos metais pesados, estas mesma amostras foram trituradas em cadinho de porcelana e peneiradas em malha de 0,5 mm e levadas ao laboratório para realização das análises químicas, pelo método SW-846-3050b (USEPA, 1996).

No Laboratório de Fertilidade do Solo (FESOL) e Nutrição Mineral de Plantas (NMP) do Centro de energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) foram realizadas as análises químicas para determinação do pH em $CaCl_2$; matéria orgânica (MO); acidez total (H+Al); potássio (K), cálcio (Ca) e magnésio (Mg) para determinação da soma de base (SB), obtida pela adição dos teores de K, Ca e Mg; capacidade de troca catiônica (CTC), através da somatória dos valores de SB e acidez total; e saturação por base (V%), pela razão entre SB e CTC multiplicado por 100.

Conforme método definido para o Estado de São Paulo (RAIJ et al., 2001), as análises químicas foram realizadas da seguinte forma: pH do solo foi realizado em suspensão de solo em 0,01 M de cloreto de cálcio ($CaCl_2$) e leitura em peagâmetro; acidez total na mesma suspensão de solo que determinou o pH, em que adicionou-se uma solução tampão SMP e leitura no peagâmetro; a MO pelo método de Walkley-Black modificado, através da oxidação do carbono orgânico pelo dicromato de potássio em meio ácido, com determinação pelo método colorimétrico em espectrofotômetro; Ca, Mg e K pelo método da resina trocadora de íons catiônicos e aniônicos, para Ca e Mg adicionou-se aos extratos solução padrão de lantânio e leitura realizada em espectrofotômetro de absorção atômica; o K foi determinado diretamente em fotometria de chama.

Com base nos valores orientadores de substâncias inorgânicas ou metais pesados para solo do Estado de São Paulo (Tabela 3.4), conforme decisão da diretoria Nº 045/2014/E/C/I (CETESB, 2014), foram realizadas as análises químicas para determinação dos metais pesados: cobre (Cu); molibdênio (Mo); níquel (Ni); zinco (Zn); selênio (Se); cobalto (Co); bário (Ba); crômio (Cr); chumbo (Pb); arsênio (As) e cádmio (Cd).

Tabela 3.4 - Valores orientadores de metais pesados para solos no Estado de São Paulo, conforme decisão de diretoria Nº 045/2014/E/C/I (CETESB, 2014)

Substância Inorgânica	**Valor de** (VRQ)	**Valor de Prevenção** (VP)	**Valor de Intervenção** (VI)
	---------- mg kg^{-1} ----------		
Antimônio(1)	<0,5	2	5
Arsênio(1)	3,5	15	35
Bário	75	120	500
Cádmio	<0,5	1,3	3,6
Chumbo	17	72	150
Cobalto(2)	13	25	35
Cobre(1)	35	60	760
Crômio total(1)	40	75	150
Crômio hexavalente	...	...	0,4
Mercúrio	0,05	0,5	1,2
Molibdênio	<4	5	11
Níquel(2)	13	30	190
Prata(1)	0,25	2	25
Selênio	0,25	1,2	24
Zinco	60	86	1900

Nota: (1) Mantidos os valores orientadores da Resolução CONAMA 420/2009. (2) Mantidos os valores de prevenção da Resolução CONAMA 420/2009. ¨ Dado numérico não disponível. Observação: na determinação de substância inorgânica no solo, para a digestão ácida, seguir as recomendações dos métodos SW-846-3050 e SW-846-3051 (USEPA, 1996), ou procedimento equivalente, exceto para mercúrio.

Essas análises foram realizadas no Laboratório de Análise e Referência em Amostras Ambientais e Fertilizantes (LARAFERT) e Química Analítica (QA) do Centro de energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) pelo método SW-846-3050b, definido pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos para amostras de solo, sedimentos e resíduos (USEPA, 1996). Nessas análises, utilizou-se água ultrapura e a digestão foi conduzida em ácido nítrico (HNO_3) purificado, peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido clorídrico (HCl) purificado. Também, foram digeridas amostras padrão de referência NIST SRM-2709a (São Joaquin Soil), material certificado pelo National Institute of Standarts and Tecnology (NIST), para controle de qualidade das análises químicas. As leituras dos extratos digestivos foram realizadas pelo uso da técnica da espectrometria de emissão atômica com plasma de argônio

(ICP-OES), no aparelho Thermo Scientific iCAP 700, com 0,1 mg kg^{-1}, limite mínimo de determinação do método analítico.

3.2.5 Análise de dados

Os dados foram submetidos à análise de variância pelo teste F e as médias comparadas pelo teste de Tukey, ao nível de 5 % de significância ($p < 0,05$). As variáveis sofreram transformações Box-Cox, quando necessário, com intuito de atender as suposições de normalidade dos resíduos e homocedasticidade das variâncias dos resíduos. Todas as análises foram realizadas no software SAS 9.3 (SAS, 2012).

3.3 Resultados e discussão

3.3.1 Atributos químicos do solo

Na Tabela 3.5, verifica-se os resultados do pH, matéria orgânica (MO), soma de base (SB), acidez total (H+Al), capacidade de troca catiônica (CTC) e saturação por base (V%) na camada de 0-20 cm de profundidade do solo e também na camada superficial de 0-5 cm os teores de matéria orgânica, nas áreas experimentais AE-16, AE-28, AE-30, AE-37 e FER que foram submetidas aos tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto (LE), fertilização mineral (FM) e tratamento controle (sem adição de LE e FM) variando próximo de 10 a 17 anos há aplicação do resíduo no solo e/ou fertilizantes minerais, com exceção do controle.

De maneira geral, observou-se que nos diferentes tratamentos das áreas experimentais o pH foi de acidez muito alta, exceto o tratamento 40LB com pH de 4,6 classificado como acidez alta, no LVAd, conforme limite de interpretação definido por Raij et al. (1996). Não houve diferença para o pH do solo entre a maioria dos tratamentos com as doses mais baixas de LE em comparação aos tratamentos FM e controle. A exceção foi o 10LB que teve pH mais elevado em relação ao tratamento controle, no LVd.

Tais resultados, mostraram que o pH nos diferentes tratamentos (LE, FM ou controle) variaram de 3,6 a 4,6; 3,5 a 4; 3,8 a 3,9; 3,6 a 4,3 e 3,4 a 3,7 nas áreas experimentais AE-16, AE-30, AE-28, FER e AE-37, respectivamente. Os tratamentos com LE em geral expressaram pH mais elevado em relação aos valores dos tratamentos FM e controle, nas áreas AE-16, AE-30 e AE-28 (apenas, 15LS e 15LP), de modo respectivo. Esses resultados podem ser explicados porque nestes tratamentos os LEs que foram aplicados no solo possuíam altas concentrações de Ca, conforme Tabela 3.2 (Item 3.2.2).

Tabela 3.5 - Atributos químicos (pH; soma de base = SB; acidez total = H+Al; capacidade de troca catiônica = CTC; saturação por base = V%) nos solos cultivados com plantações de eucalipto, na camada de 0-20 cm de profundidade e matéria orgânica (MO) na camada de 0-5 e 0-20 cm nos diferentes tratamentos (Trat), nas áreas experimentais AE-16, AE-30, AE-28 e AE-37, da Estação Experimental de Ciências Florestais, em Itatinga-SP, e FER, da Fazenda Entre Rios, em Angatuba-SP

Trat[(1)]	**pH $CaCl_2$**	**MO (0-5 cm)**	**MO (0-20 cm)**	**SB**	**H+Al**	**CTC**	**V%**
	0,01 mol L^{-1}	---------- g kg^{-1} ----------		---------- $mmol_c$ kg^{-1} ----------			------ % ------
			LVAd de textura arenosa (lodo aplicado há 17,2 anos) / AE-16				
10LB	3,6 b	36	26	12 b	59 ab	71	16 b
20LB	3,9 b	31	22	19 a	68 ab	87	22 ab
40LB	4,6 a	32	25	43 a	47 b	90	50 a
FM	3,7 b	32	24	8 bc	88 a	97	9 c
Controle	3,6 b	36	24	7 c	88 a	95	7 c
			LVd de textura média (lodo aplicado há 17,2 anos) / AE-30				
10LB	4,0 a	36	31	26 a	110	136	20 a
20LB	3,6 b	32	29	12 ab	100	112	11 ab
10LB^{+}	3,7 ab	36	28	12 ab	130	143	9 ab
FM	3,7 ab	45	30	22 a	106	128	18 a
Controle	3,5 b	33	32	8 b	146	154	6 b
			RQo de textura arenosa (lodo aplicado há 12,4 anos) / FER				
8LJ	3,8	21 ab	15 ab	7	55	62 abc	13
15LJ	3,8	28 a	17 a	8	61	69 a	12
23LJ	3,8	25 a	16 a	7	61	68 ab	12
FM	3,9	17 b	13 bc	8	41	48 bc	16
Controle	3,9	15 b	12 c	7	40	47 c	16
			LVAd de textura média (lodo aplicado há 10 anos) / AE-28				
15LB	3,6 b	41 a	26 a	3,0 b	105 a	108 ab	3 b
15LS	4,1 a	47 a	29 a	34,9 a	92 ab	126 a	27 a
15LP	4,3 a	36 a	25 a	32,1 a	50 c	82 bc	39 a
FM	3,7 b	22 b	18 b	1,4 c	68 bc	70 c	2 b
Controle	3,7 b	20 b	17 b	0,6 d	60 c	60 c	1 c
			LVAd de textura média (lodo aplicado há 12,2 anos) / AE-37				
10LUB	3,5 ab	31 ab	21 abc	7,2 bc	79 abc	87 abc	8,4 ab
20LUB	3,4 b	39 a	25 a	7,3 bc	86 a	93 a	7,8 b
30LUB	3,5 ab	39 a	24 a	8,4 ab	83 ab	92 a	9,1 ab
10LSB	3,5 ab	30 ab	20 bc	6,7 bc	72 abc	78 abc	8,6 ab
20LSB	3,5 ab	38 a	24 a	8,0 ab	86 a	94 a	8,5 ab
30LSB	3,4 b	33 ab	23 ab	9,9 a	81 ab	91 ab	10,9 a
FM	3,7 a	24 b	18 c	6,8 bc	63 c	70 c	9,7 ab
Controle	3,7 a	26 b	18 c	6,4 c	67 bc	73 bc	8,8 ab

Nota: [(1)] Tratamentos (coluna): número = dose (t ha^{-1}) e letras = lodo de cada estação de tratamento de esgoto, onde: LB, LJ, LP e LS, LUB e LSB = lodo de Barueri-SP, Jundiaí-SP, Parque Novo Mundo e São Miguel/São Paulo-SP, Barueri-SP (úmido) e Barueri-SP (seco), respectivamente, todos complementados com K e B, exceto B nos tratamentos com LJ; FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; Controle = sem lodo e fertilizantes minerais; $^{+}$ complementado com NPK. A matéria orgânica (extraída por dicromato de potássio e ácido sulfúrico) e os outros atributos químicos foram determinados pelo método proposto por Raij et al. (1987). Para cada variável (coluna), em cada solo, médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). LVd = LATOSSOLO VERMELHO Distrófico, LVAd = LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico e RQo = NEOSSOLO QUARTZARÊNICO Órtico.

Em solo cultivado com plantação de eucalipto foi demonstrado que a aplicação de LE há 32 meses no solo aumentou o pH, sendo as prováveis causas devido à diminuição do efeito tamponante do carbono orgânico adicionado, principalmente, à medida que a decomposição do resíduo evoluiu, a demora na solubilização da cal e na lixiviação e interação do Ca com o complexo de troca iônica do solo, e a ocorrência de precipitações pluviais insuficientes para rápida solubilização deste nutriente (ROCHA; GONÇALVES; MOURA, 2004). De modo igual, em outros trabalhos, a aplicação de lodo de esgoto condicionado com cal hidratada influenciou no aumento do pH do solo (GUEDES, 2005; FERRAZ, 2009). Desta maneira, as alterações no pH do solo podem estar correlacionadas com o teores de carbonato de cálcio presente no lodo de esgoto e pela produção de ácidos durante as etapas de decomposição do resíduo (SOMMERS, 1977).

Nos tratamentos com adição de LE, pertencente a área AE-37, foi observado pH menor em relação ao tratamento FM e controle, destacando-se os tratamentos 20LUB e 30LSB. Devido, estes tratamentos terem se diferenciado dos tratamentos FM e controle. Na FER, entre os tratamentos com LJ, FM e controle não houve diferença para o pH do solo. A explicação para o pH nos tratamentos com LE na AE-37 e FER não ter aumentado possivelmente foi devido ao tipo de lodo que foi aplicado no solo por ocasião do plantio, que na época foi condicionado com polímero catiônico, que não influência na elevação do pH do solo (SILVA, 2006; FIRME, 2009). Em outras pesquisas, percebeu-se redução do pH do solo em virtude da aplicação de lodo no solo (HARRISON et al., 1994; DAHLIN et al., 1997). Muito embora, a solubilidade dos metais pesados dependa da forma em que se encontram no solo, o pH é uma das características que mais afeta a disponibilidade destes elementos, por exemplo, à medida que o pH aumenta pode ser observado que a solubilidade de Cd, Cu, Ni, Pb e Zn diminui, enquanto de As e Se tornam-se mais solúveis (BERTON, 2000).

Os teores de MO na camada de 0-5 e 0-20 cm de profundidade, nos LVAd de textura arenosa e LVd de textura média, não apresentaram diferenças entre os tratamentos com LB, fertilização mineral e controle, respectivamente. Nas outras áreas experimentais, no RQo (textura arenosa) e LVAds (textura média), os valores desse atributo nos tratamentos com LE foram em geral mais altos em comparação aos teores obtidos nos tratamentos FM e controle. Adicionalmente, constatou-se que nessas profundidades não houve diferença entre os tratamentos com LE para os teores de MO. Resultado concomitante foi obtido na mesma área experimental dos LVAds (textura média) e LVd, uma vez que não houve diferença para o teor de MO entre os tratamentos com o resíduo (FERRAZ, 2013).

De modo similar, foi evidenciado que a aplicação de lodo de esgoto no solo elevou os teores de MO e de metais pesados, porém, as quantidades de MO diminuíram ao longo do tempo, principalmente após 5 anos da aplicação do resíduo ao solo (WALTER et al., 2002). Além de que, no processo de mineralização da MO formas disponíveis de metais pesados podem ser liberadas para a solução do solo, mesmo de longo prazo após aplicação do lodo de esgoto (MCBRIDE, 1995). A MO do solo é um material complexo constituído por uma mistura de produtos vegetais e animais em vários estágios de decomposição e de substâncias que são sintetizadas quimicamente e biologicamente, que em resumo, podem ser divididas em substâncias húmicas e não húmicas (KABATA-PENDIAS, 2011). Além do mais, este atributo é considerado um indicador-chave de qualidade do solo, em especial, porque se relaciona diretamente com outros características e, com isso, contribui para aumentar o desempenho das funções do solo (CONCEIÇÃO et al., 2005).

No RQo, entre os tratamentos com efeito residual de LJ, FM e controle não houve diferença para a SB. Por outro lado, nos solos da área experimental AE-16, AE-30 e AE-28, os tratamentos com lodos de esgoto apresentaram valores deste atributo mais elevados em comparação aos obtidos nos tratamentos FM e controle, com exceção do tratamento FM, que não se diferenciou dos tratamentos com LB no LVd. No LVAd da área experimental AE-37, de maneira geral, a SB foi mais alta nos tratamentos com LUB e LSB em confronto com os resultados oriundos do tratamento controle, de 6,4 $mmol_c\ kg^{-1}$, com destaque os tratamentos 30LUB, 20LSB e 30LSB, pois tiveram SB mais alta, de 8,4; 8,0 e 9,9 $mmol_c\ kg^{-1}$, respectivamente. Ainda considerando a SB, foi observado que o tratamento FM, com valor de 6,8 $mmol_c\ kg^{-1}$, não apresentou diferença para este atributo quanto aos valores obtidos nos tratamentos com LUB e LSB, exceto em comparação ao tratamento 30LSB, que revelou SB mais elevada. Outros trabalhos, na área AE-37, demonstram que o uso em áreas com plantações de eucalipto aumentaram as quantidades de SB, em geral mais incrementada com aumento das doses de lodo aplicadas ao solo e com maiores valores em analogia ao tratamento controle (SILVA, 2006; FERRAZ, 2013).

A acidez total no LVAd (textura arenosa), LVd e RQo em geral não apresentou diferença entre os tratamentos com lodo, fertilização mineral e controle, com exceção do tratamento 40LB no LVAd, que apresentou menor valor em relação aos demais tratamentos. Ainda, com relação a acidez total, ficou demonstrado que no LVAd (textura média) da área AE- 28 o tratamento 15LB teve resultado, de 105 $mmol_c\ kg^{-1}$, superior ao tratamento 15LP, FM e controle, de 50, 68 e 60 $mmol_c\ kg^{-1}$, por essa ordem. Na área AE-37, com mesmo tipo de solo da área AE-28, observou-se que os tratamentos com LUB e LSB, de forma geral,

expressaram teores mais altos para SB em comparação aos valores obtidos nos tratamentos FM e controle, com destaque os tratamentos 20LUB e 20LSB, pois apresentaram quantidades mais elevadas, ambas de 86 $mmol_c\ kg^{-1}$.

Nos diferentes tratamentos da área experimental AE-16 e AE-30 não houve diferença para a CTC do solo na camada de 0-20 cm de profundidade. De modo contrário, nas áreas FER, AE-28 e AE-37, alguns tratamentos com LE revelaram CTC superior em confronto aos demonstrados nos tratamentos FM ou controle, com destaque para os tratamentos 15LJ da FER; 15LB e 15LS da AE-28; 20LUB, 30LUB e 20LSB da AE-37, de 69, 108, 126, 93, 92 e 94 $mmol_c\ kg^{-1}$, respectivamente. Todavia, taxas consideráveis de LE podem contribuir para aumento dos teores de metais pesados no solo que, em geral, incrementam proporcionalmente com o aumento da CTC (PAIS; JONES, 1997).

A V%, nos tratamentos pertencentes a cada área experimental (AE-16, AE-30, AE-28, FER e AE-37) foi considerada muito baixa, exceto o tratamento 40LB no LVAd de textura arenosa e os tratamentos 15LS e 15LP no LVAd de textura média, em razão de terem apresentados quantidades baixa, de 50, 27 e 39 %, reciprocamente, conforme limite de interpretação definido por Raij et al. (1996). A explicação para os valores baixos da V% nos tratamentos com esse resíduo pode estar relacionada aos resultados da acidez total, que na maioria destes tratamentos foram altas. Complementarmente, observou-se que não houve diferença para esse atributo entre os tratamentos com LJ, FM e controle no RQo. De forma geral, verificou-se que nos outros solos submetidos aos tratamentos com lodo de esgoto, os resultados demonstram valores mais elevados da V% em comparação aos resultados obtidos no tratamento controle, em destaque, todos os tratamentos com LE da área AE-16 e os tratamentos 10LB, 15LS e 15LP e 30LSB pertencente as áreas AE-30; AE-28 e AE-37, respectivamente, pois as quantidades foram mais elevadas.

Aos oito anos após aplicação de lodo de esgoto no solo foi constatado que não houve diferença entre os tratamentos com o resíduo, fertilizantes minerais e o tratamento controle para os valores da acidez total e CTC, enquanto, a V% apresentou quantidades consideradas muito baixa, porém, os tratamentos com LE tiveram quantidades mais altas destes atributos em relação aos valores dos tratamento FM e controle, principalmente na maior dose de lodo de esgoto (FERRAZ, 2013). Em outros solos, LVef e LVd, há 16 anos de aplicação de resíduo LE ao solo, nas doses de 5,10 e 20 $t\ ha^{-1}$, não foram encontradas diferenças para a acidez total, SB, CTC e V% (YADA et al., 2015).

O desempenho e/ou comportamento dos atributos químicos da mistura lodo-solo não dependem apenas das propriedades do solo, das característica do resíduo e das doses de

aplicação, mas também tem associação com o pH e interação com outros componentes do solo (PARKPAIN; SIRISUKHODOM; CARBONELL-BARRACHINA, 1998). Fundamentalmente, a presença de vários grupamentos funcionais na MO possibilita sua reação com os metais pesados, no qual os principais sítios de complexação são os grupamentos carboxílicos e fenólicos (SILVA; MENDONÇA, 2007).

Portanto, para monitorar os teores de metais pesados pela adição de lodo de esgoto no solo, algumas características químicas devem ser estudadas, com destaque, aquelas que apresentam relação direta com a MO, tal como pH, carbono orgânico dissolvido, SO_4^{2-}, NO_3^- e NH_4^+ (COSCIONE et al., 2014). Além do mais, o aumento de teores de metais pesados no solo pode acontecer através de diferentes possibilidades, os quais são influenciadas pelas características dos constituintes minerais e orgânicos, a natureza do metal, a composição e pH da solução do solo, bem como a cinética das reações, que compreendem, basicamente as de precipitação, dissolução, adsorção e oxi-redução (CAMARGO; ALLEONI; CASAGRANDE, 2001).

3.3.2 Teores de metais pesados

Na Tabela 3.6 observa-se os resultados que validaram a precisão e exatidão do método analítico SW-846-3050b (USEPA, 1996), com digestão em ácido nítrico e clorídrico purificados (HNO_3+HCl) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2), para determinar os teores de metais pesados no material certificado pelo National Institute of Standarts and Tecnology (NIST), representada pela amostra de solo NIST SRM-2709a (São Joaquin Soil).

Nesses resultados, em geral, verificou-se que as quantidades determinadas foram equivalentes as estimadas para o material de referência certificado. No entanto, os valores determinados para Cd, Cr e Se foram superestimados quando comparados com o teor certificado pelo NIST. Mesmo assim, não foram muito elevados, porque frequentemente estiveram próximo da faixa esperada para estes elementos químicos, em especial, quando se observa os valores mínimos e máximos. Sendo assim, pode-se justificar a validação das análises químicas nas amostras do material de referência certificado, ou seja, o método analítico empregado para as determinações dos teores de metais pesados no solo atende aos preceitos de precisão e exatidão.

Tabela 3.6 - Teores de metais pesados nos materiais de referência certificados, em amostras de solo SRM-2709a (São Joaquin Soil), extrator HNO_3+HCl purificado, conforme método SW-846-3050b (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES

Elemento	SRM-2709a (San Joaquin Soil) Certificado				SRM-2709a (San Joaquin Soil) Determinado			
	n	Mín.	Máx.	Média	n	Mín.	Máx.	Média
	---------- mg kg^{-1} ----------				---------- mg kg^{-1} ----------			
As	8	6,4	10,0	7,8	6	8,0	8,5	8,2
Ba	8	350	400	380	6	380	393	387
Cd	5	0,33	0,66	0,4	6	0,69	0,86	0,78
Co	8	8,2	13,0	10	6	11,9	12,3	12,1
Cr	8	46	67	53	6	71	74	72
Cu	7	24	28	27	6	25	27	26
Mo	...	...	...	...	6	2	2	2
Ni	8	59	71	66	6	70	72	71
Pb	7	8	11	9,2	6	7	9	8
Se	5	0,69	1,90	0,95	6	2,00	2,33	2,15
Zn	8	69	87	79	6	85	91	88

Nota: n = Número de amostras. Mín. = Mínimo. Máx. = Máximo. SRM = Standard Reference Material. ¨ Não determinado pelo NIST. Limite mínimo do método analítico utilizado foi de 0,1 mg kg^{-1}, quantificação por ICP-OES.

Na Tabela 3.7 pode ser observado os teores de Cu, Mo, Ni, Zn, Se, Co, As, Ba, Cd, Cr e Pb nos solos com efeito residual dos tratamentos com lodos de esgoto (LE), fertilização mineral (FM) e o tratamento controle. Tais resultados, na maioria dos tratamentos com LE das cinco áreas experimentais, AE-16, AE-30, AE-28, FER e AE-37, evidenciaram de modo geral que os teores desses metais pesados foram de valores de referência de qualidade (VRQ). A exceção foram os teores de Cd em todos os tratamentos do LVd e o tratamento 30LU do LVAd, com valores abaixo de VP. Também, os teores de Se na maioria dos tratamentos foram abaixo de VP, com exceção dos tratamentos 10LB, 15LB, 15LP, 20LUB e 30LUB que apresentaram teores de VP, conforme limites definidos pela legislação vigente (CETESB, 2014). Ademais, observa-se que os tratamentos FM e controle apresentaram teores de Cd no LVd abaixo de VP e nos demais solos de VRQ, e para Se estes mesmos tratamentos apresentaram teores de VP no LVd e abaixo de VP nos demais solos. A possível explicação para os elevados teores de Cd no LVd e Se em todos os solos, independentemente do tratamento (LE, FM ou controle) pode ser devido o material de origem do solo possuir quantidades elevadas destes elementos ou efeito residual do uso antrópico do solo. Ademais, pode ter ocorrido "efeito de matriz", ou seja, interferências causadas por substâncias que constituíam a matriz da amostra dos analitos, que foram quantificados por ICP-OES. Além disso, tais elementos nos analitos da amostra NIST SRM-2709a (São Joaquin Soil) apresentaram teores superestimados, embora próximos dos valores certificados.

Tabela 3.7 - Teores de metais pesados nos solos cultivados com plantações de eucalipto, na camada de 0-20 cm de profundidade nos diferentes tratamentos (Trat), nas áreas experimentais AE-16, AE-30, AE-28 e AE-37, em Itatinga-SP, e FER, em Angatuba-SP, e valores orientadores de qualidade do solo, conforme pela CETESB (2014)

Trat[(1)]	**Cu**	**Mo**	**Ni**	**Zn**	**Se**	**Co**	**As**	**Ba**	**Cd**	**Cr**	**Pb**
	---------- mg kg^{-1} ----------										
LVAd de textura arenosa (lodo aplicado há 17,2 anos) / AE-16											
10LB	7 b	1,2	5 b	18 c	0,6	1,2 b	3,3	4 b	0,27 b	22 bc	1,6 bc
20LB	8 b	1,2	5 b	25 b	0,8	1,2 b	3,2	5 b	0,29 b	24 ab	2,4 b
40LB	12 a	1,5	8 a	39 a	1,0	1,8 a	2,7	10 a	0,38 a	27 a	5,2 a
FM	3 c	1,1	3 c	10 d	0,4	1,2 b	3,1	3 c	0,25 b	19 c	1,1 c
Controle	4 c	1,1	3 c	8 e	0,8	1,2 b	3,2	2 c	0,26 b	22 bc	1,0 c
LVd de textura média (lodo aplicado há 17,2 anos) / AE-30											
10LB	30 a	1,8	13	41	1,3	7 ab	1,6	44 a	0,89 ab	32	7,8
20LB	30 a	1,8	13	31	1,2	7 ab	1,7	37 ab	0,89 ab	33	6,8
10LB^{+}	14 b	1,5	11	28	1,2	5 b	1,8	23 c	0,68 b	33	7,1
FM	35 a	1,9	13	35	1,3	8 a	1,8	47 a	0,97 a	30	6,4
Controle	14 b	1,5	9	28	1,1	6 ab	1,8	26 bc	0,70 ab	34	6,2
RQo de textura arenosa (lodo aplicado há 12,4 anos) / FER											
8LJ	3 b	0,4	1,1	5 ab	0,3	0,5	1,0	7 b	0,12 bc	13	3,9
15LJ	11 a	0,5	1,3	6 a	0,2	0,4	1,3	9 b	0,14 ab	9	4,3
23LJ	13 a	0,5	1,2	6 a	0,1	0,5	1,1	23 a	0,17 a	11	6,0
FM	2 c	0,4	1,2	4 b	0,3	0,5	1,0	7 b	0,09 bc	12	3,9
Controle	2 c	0,5	1,0	4 b	0,2	0,4	1,0	9 b	0,08 c	10	3,9
LVAd de textura média (lodo aplicado há 10 anos) / AE-28											
15LB	22 a	1,2 ab	7 a	35 a	1,4 a	1,5	3,0	7,3	0,40 ab	36	3,13
15LS	10 b	1,3 a	10 a	22 b	1,0 bc	1,9	3,1	7,8	0,39 b	30	1,85
15LP	17 a	1,2 ab	8 a	37 a	1,3 ab	1,5	2,9	6,8	0,47 a	34	2,88
FM	7 c	1,1 b	4 b	9 c	0,7 c	1,6	2,5	2,8	0,32 c	25	1,22
Controle	6 c	1,1 b	4 b	9 c	0,9 c	1,6	2,5	2,4	0,32 c	25	1,13
LVAd de textura média (lodo aplicado há 12,2 anos) / AE-37											
10LUB	14 c	0,95 ab	5 cd	18 b	0,7 b	1,4	2,2	7 bc	0,32 bc	24 cd	3,3 bcd
20LUB	24 a	1,26 ab	8 ab	31 a	1,3 a	1,7	2,6	14 a	0,45 ab	33 ab	5,0 ab
30LUB	25 a	1,32 a	9 a	38 a	1,3 a	1,7	2,6	17 a	0,53 a	37 a	6,0 a
10LSB	10 d	0,87 b	5 cd	17 b	0,6 b	1,5	2,1	4 cd	0,29 c	22 d	2,2 de
20LSB	16 c	0,98 ab	7 bc	30 a	0,7 b	1,5	2,1	8 b	0,33 bc	26 bcd	3,0 cd
30LSB	20 b	1,09 ab	9 a	43 a	0,9 b	1,7	2,2	13 a	0,42 abc	31 abc	4,4 abc
FM	8 d	0,97 ab	4 d	9 c	0,5 b	1,7	2,1	3 d	0,29 c	20 d	1,9 e
Controle	8 d	0,94 ab	4 d	9 c	0,6 b	1,6	1,9	3 d	0,28 c	21 d	1,9 e
Valores orientadores de qualidade do solo (CETESB, 2014)											
VRQ	35	<4	13	60	0,25	13	3,5	75	<0,50	40	17
VP	60	5	30	86	1,20	25	15,0	120	1,30	75	72
VI	760	11	190	1900	24,00	35	35,0	500	3,60	150	150

Nota: [(1)] Tratamentos (coluna): número = dose (t ha^{-1}) e letras = lodo de cada estação de tratamento de esgoto, onde: LB, LJ, LP e LS, LUB e LSB = lodo de Barueri-SP, Jundiaí-SP, Parque Novo Mundo e São Miguel/São Paulo-SP, Barueri-SP (úmido) e Barueri-SP (seco), respectivamente, todos complementados com K e B, exceto B nos tratamentos com LJ; FM = fertilização mineral, com NPK, B e Zn; Controle = sem lodo e fertilizantes minerais; $^{+}$ complementado com NPK. Extração HNO_3+HCl purificado, SW-846-3050b (USEPA, 1996), quantificação por ICP-OES. Para cada variável (coluna), médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). LVd = LATOSSOLO VERMELHO Distrófico, LVAd = LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico e RQo = NEOSSOLO QUARTZARÊNICO Órtico. VRQ = valores de referência de qualidade, VP = Valores de prevenção e VI = valores de intervenção.

Em Latossolos de textura argilosa e média, observou-se que o efeito residual de LE aplicado nos solos há 16 anos evidenciou teores de As, Ba, Cd, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Se e Zn abaixo dos valores de prevenção (YADA, 2014). Igualmente, os teores de As, Cd, Cu, Ni, Pb e Zn aumentaram em solo agrícola tratado com lodo, mas foram inferiores aos limites considerados anormais pela legislação, com isso, indicando que o uso agronômico do lodo não ocasionou contaminação do solo com estes elementos (NOGUEIRA et al., 2013). Os metais pesados mais perigosos nos solos, em ordem decrescente, apresentaram a seguinte sequência: Se > Tl > Sb > Cd > V > Hg > Ni > Cu > Cr > As > Ba, no entanto, esta classificação pode ser mais ampla, pelo fato de outros metais pesados terem potencial de toxicidade no solo (VODYANITSKII, 2013).

De modo geral, observou-se que nos tratamentos com LE os teores dos metais pesados aumentaram proporcionalmente com o aumento das doses aplicadas nos solos. Contudo, estes teores foram de VRQ, com exceção de Cd e Se que em geral apresentaram teores abaixo de VP. Além de que, dependendo do elemento químico e tipo de solo, não houve diferença entre os tratamentos com LE, FM e controle para os teores de metais pesados, principalmente, no LVd. Da mesma maneira, não houve diferença entre a maioria dos tratamentos com LE, FM e controle para os teores de Mo, Se, Co, As e Cr nos solos das outras áreas experimentais, com LVAd e RQo. Diante deste contexto, observou-se que o efeito residual de lodo de esgoto promoveu incremento nos teores de alguns metais pesados, mas, estes teores em relação ao tratamento de fertilização mineral ou controle não evidenciaram contaminação do solo como efeito residual da aplicação de lodo de esgoto.

Nas diferentes áreas experimentais, observou-se que os solos de textura arenosa apresentaram menores teores de metais pesados em comparação aos teores encontrados nos solos de textura média, porém, entre estas texturas, constatou-se que os solos arenosos incrementaram maiores teores de metais pesados, mais elevados com aumento das doses aplicadas no solo. No LVAd de textura arenosa e LVd de textura média, onde foram aplicado o mesmo tipo de lodo há 17,2 anos, oriundo da ETE de Barueri-SP (LB), os resultados mostraram em geral que nos tratamentos com a menor dose de LB, de 10 t ha^{-1}, os maiores teores de metais pesados em ordem decrescente estavam distribuídos da seguinte forma: tratamento 10LB (AE-16), Cr > Zn > Cu > Ni ≈ Ba ≈ As > Pb ≈ Se ≈ Co ≈ Mo > Se ≈ Cd e tratamento 10LB (AE-30), Ba > Zn > Cr > Cu > Ni > Pb ≈ Co > Mo ≈ As > Se ≈ Cd. No RQo o tratamento com a menor dose de LJ, de 8 t ha^{-1}, com efeito residual de LE há 12,4 anos, os teores dos metais pesados decresceram da seguinte maneira: Cr > Ba > Zn > Pb > Cu > Ni ≈ As > Co ≈ Mo ≈ Se > Cd, reciprocamente. Enquanto, na área AE-28,

observou- se que nos tratamentos com efeito residual de lodo de esgoto na dose de 15 t ha^{-1}, lodo fornecido pela ETEs de Barueri (LB), São Miguel (LS) e Parque Mundo Novo (LP), a distribuição em ordem decrescente dos metais pesados, em geral, foram: Cr ≈ Zn > Cu > Ni ≈ Ba > Pb ≈ As > Co ≈ Se ≈ Mo > Cd. Já na área AE-37, lodo fornecido pela ETE de Barueri-SP na forma úmida e seca (LUB e LSB, respectivamente) na dose de 10 t ha^{-1}, os maiores teores dos metais pesados foram distribuídos da seguinte forma: tratamento 10LUB, Cr > Zn > Cu > Ba > Ni > Pb > As > Co ≈ Mo ≈ Se > Cd e tratamento 10LSB, Cr > Zn > Cu > Ni > Ba > Pb > As > Co ≈ Mo > Se > Cd, de modo respectivo. De forma geral, nas doses mais baixas de LE que foi aplicada nos diferentes solos de textura arenosa ou média, considerando-se os três elementos com os maiores e menores teores, frequentemente em ordem decrescente, foram: Cr > Zn > Cu e Cd > Se > Mo, respectivamente.

De forma similar, ao deste trabalho, argumentou-se que a aplicação de doses altas de LE no solo tem contribuído para elevar a disponibilidade de metais pesados, mas, em doses baixas não houve aumento nos teores de metais pesados (SINGH; AGRAWAL, 2008). Em LATOSSOLO VERMELHO Eutroférrico e LATOSSOLO VERMELHO Distrófico, destacou- se que Ba, Cd, Cr, Cu, Ni e Zn podem ser os elementos a atingirem primeiramente o limite crítico de investigação, desde que o LE possua elevadas concentrações destes metais pesados e com aplicações anuais sucessivas do resíduo (ANDRADE et al., 2014).

Nos solos arenosos com os tratamentos de LE, os micronutrientes Cu, Mo, Ni e Zn revelaram valores variando de 7 a 12; 1,1 a 1,2; 5 a 8; 18 a 39 mg kg^{-1} no solo LVAd e 3 a 13; 0,4 a 0,5; 1,1 a 1,3; 5 a 4 mg kg^{-1} no solo RQo, de modo respectivo. Ao passo que, nos solos de textura média os teores destes mesmos nutrientes nos tratamentos com LE variaram de 14 a 30; 1,5 a 1,8; 10 a 13; 28 a 41 mg kg^{-1} no LVd e 10 a 25; 0,9 a 1,3; 5 a 10; 17 a 43 mg kg^{-1} nos solos LVAd, na área AE-28 e AE-37, respectivamente.

Nos tratamentos com a menor dose de LE os teores de Cu em geral foram superiores aos encontrados nos tratamentos FM e controle em todas as áreas experimentais, exceto na área AE-30 e AE-37, porque entre os tratamentos FM e 10LB, na AE-30, e 10LSB, FM e controle, na AE-37, não houve diferença para os teores deste elemento. No solo, os teores de Cu demonstram ser variáveis igualmente as quantidades de húmus e este nutriente está envolvido de modo proporcional com a matéria orgânica (AUBERT; PINTA, 1980). Na dose mais baixa de LE, nos diferentes solos, observou-se que os teores de Ni não diferenciaram em relação aos tratamentos FM e controle, exceto para os tratamentos 10LB da área AE-16 e 15LB, 15LS e 15LP da área AE-28, porque apresentaram resultados mais elevados, respectivamente. O lodo de esgoto e fertilizantes fosfatados podem ser fontes importante de Ni, que quando

aplicados no solo em geral aumentam a mobilidade deste elemento, devido a complexação com compostos orgânicos dissolvidos, no entanto, o Ni é considerado problemático ao solo, principalmente, em teores altos (KABATA-PENDIAS, 2011).

Independente da dose de LE aplicada no solo, observou-se que a maioria dos tratamentos com lodo de esgoto tiveram teores de Zn mais altos que os verificados nos tratamentos FM ou controle. A exceção foi todos os tratamentos com LB do LVd e 8LJ do RQo, porque estes tratamentos não expressaram diferenças alusiva aos tratamentos FM e controle para os teores de Zn, respectivamente. Tais resultados, podem ser decorrentes de quantidades elevadas de Zn que foram adicionadas ao solo pela aplicação do resíduo, principalmente em doses mais altas e sua interação com as características químicas do solo, por exemplo, pH com acidez alta. Outros trabalhos reportaram incrementos nos teores de Zn decorrente da aplicação de LE no solo (NOGUEIRA et al., 2010b; NOGUEIROL et al., 2013; ANDRADE et al., 2014).

Os teores de Cd nos tratamentos com LE, em geral, foram próximos dos valores obtidos nos tratamentos FM e controle nas cinco áreas experimentais. No entanto, nos solos de textura arenosa os tratamentos com a maior dose de LE evidenciaram resultados mais elevados em relação aos tratamentos FM e controle para os teores deste elemento na camada de 0-20 cm de profundidade. De modo complementar, nos diferentes solos, observou-se que os tratamentos com LE nas doses mais baixas não diferiram dos tratamentos FM e controle para os teores de Ba e Pb na camada de 0-20 cm de profundidade do solo. Todavia, em doses mais altas de LE, constatou-se teores mais elevados, com destaque os tratamentos 40LB na área AE-16 e 30LUB e 30LSB na área AE-37, principalmente, porque os valores foram mais incrementados em comparação aos teores observados nos tratamentos FM e controle, respectivamente. Em LVd, após onze aplicações anuais de LE nas doses de 10 e 20 t ha^{-1}, verificou-se que os teores de Ba, Cr e Pb aumentaram na camada superficial do solo, de 0-10 cm de profundidade, mas não alteraram os teores de Cd (MERLINO et al., 2010).

A mobilidade dos metais pesados está relacionada às características e atributos do solo, por exemplo, quantidade e tipo de argila, pH, capacidade de troca de cátions, teor de matéria orgânica entre outros, que interferem nos processos de adsorção/dessorção, precipitação/dissolução, complexação e oxirredução (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001b). Também, esse comportamento é dependente da formação de complexos minerais, embora, a maioria dos metais pesados, fundamentalmente, os catiônicos são ligeiramente solúveis, e apenas uma pequena proporção ocorre na fase aquosa, mesmo assim, para alguns metais catiônicos podem diminuir da seguinte forma: $Cd^{+2} > Ni^{+2} = Co^{+2} = Pb^{+2} > Zn^{+2} = Cu^{+2} > Cr^{+3}$, respectivamente (KABATA-PENDIAS, 2011). Os elementos Cr, Cu, Ni e Pb tem apresentado

baixa mobilidade no solo, enquanto Cd e Zn são móveis e, portanto, movimentam-se com mais facilidade no perfil e se os teores deste destes metais forem muito alto existe maior risco de ocorrer contaminação do subsolo e de águas mais profundas (OLIVEIRA et al., 2005; NOGUEIRA et al., 2008; MERLINO et al., 2010; ANDRADE et al., 2014).

O LE, em geral, quando comparado com os adubos minerais apresenta teores mais elevados de metais pesados, tal como o LE doméstico de áreas industriais, e sua reciclagem na agricultura tem ocasionado acúmulo de metais pesados no solo, em especial Cd, Cr, Ni, Pb e Zn (KREBS et al., 1998). De modo semelhante, outros trabalhos demonstram que o efeito residual de LE proporcionou aumento de teores de alguns metais pesados, contudo, estas quantidades não ultrapassaram os valores definidos pela legislação para uso agrícola, em geral, inferiores aos valores de prevenção (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001c; MERLINO et al., 2010; NOGUEIRA et al., 2010b; ANDRADE et al., 2014; SAMPAIO et al., 2016).

Portanto, comparando-se os teores de metais pesados no solo das cinco áreas experimentais relativo aos valores orientadores de qualidade do solo para uso agrícola (CETESB, 2014), observou-se que os resultados corroboraram com a hipótese inicialmente apresentada, ou seja, “em relação ao manejo de fertilização mineral, o efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em plantações de eucalipto não causa contaminação do solo quanto aos metais pesados oriundos do lodo de esgoto”, porque os teores para a maioria dos metais pesados evidenciaram valores de referência de qualidade do solo e os metais que não apresentaram teores nesta faixa especifica, exclusivamente Se e Cd, tiveram teores abaixo dos limites de valores de prevenção.

3.4 Conclusões

1. Há efeito residual de lodo de esgoto em relação ao manejo de fertilização mineral nos atributos do solo e nos teores de metais pesados, principalmente nas doses mais altas.
2. De modo geral, o efeito residual de LE contribui para aumento da SB e V%, no LVAd de textura arenosa e LVd de textura média; incremento de MO e CTC, no RQo; e aumento de MO, SB, H+Al, CTC e V%, nos dois LVAd de textura média.
3. O efeito residual da aplicação de lodo promove maior incremento de teores de metais pesados nos solos de textura arenosa. O efeito residual do LE aumenta os teores de Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn, no LVAd de textura arenosa; eleva os teores de Ba e Cu, no LVd de textura média; aumenta os teores de Ba, Cd, Cu e Zn, no RQo de textura arenosa; e incrementa os teores de Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Se e Zn, nos dois LVAd de textura média.
4. Não há contaminação do solo por metais pesados como efeito residual da aplicação de lodo de esgoto em áreas de cultivo de eucalipto.

Referências

ABREU JUNIOR, C. H.; BOARETTO, A. E.; MURAOKA, T.; KIEHL, J. C. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. **Tópicos em Ciência do Solo**, Viçosa, v. 4, n. 1, p. 391–470, 2005.

ANDRADE, C. A. de; MATTIAZZO, M. E. Nitratos e metais pesados no solo e nas árvores após aplicação de biossólido (lodo de esgosto) em plantações florestais de Eucalyptus grandis. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, v. 1, n. 58, p. 59–72, 2000.

ANDRADE, M. G. de; LIMA, A. S. T. de; MELO, W. J. de; SANTOS, E. J. dos; HERRMANN, A. B. Elementos-traço em dois latossolos após aplicações anuais de lodo de esgoto por treze anos. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 35, n. 1, p. 135–148, 2014.

ALVARES, C. A.; STAPE, J. L.; SENTELHAS, P. C.; GONÇALVES, J. L. de M. Modeling monthly mean air temperature for Brazil. **Theoretical and Applied Climatology**, Wien, v. 113, n. 3–4, p. 407–427, 2013.

AUBERT, H.; PINTA, M. **Trace elements in soils**. Amsterdam: Elsevier, 1977. 1980.

BERTON, R. S. Riscos de contaminação do agrossistema com metais pesados. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000.

CAMARGO, O. A.; MONIZ, A. C.; JORGE, J. A.; VALADARES, J. M. A. S. **Método de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas: Instituto Agronômico, 1986. 94 p. (Boletim Técnico, 106).

CAMARGO, O.A. de; ALLEONI, L.R.F.; CASAGRANDE, J.C. Reações dos micronutrientes e elementos tóxicos. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. P. da; van RAIJ, B.; ABREU, C.A. de (Ed.). **Micronutrientes e elementos tóxicos na agricultura**. Jaboticabal: CNPq; FAPESP; POTAFOS, 2001. cap. 5, p. 89-124.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO - CETESB. Decisão de Diretoria Nº 045/2014/E/C/I, de 20 de fevereiro de 2014. **Diário Oficial do Estado de São Paulo**, Poder Executivo, São Paulo, 2014. Seção 1, p. 53.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. Resolução Nº 375, de 29 de agosto de 2006. Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 30 ago. 2006. Seção 1, p. 141-146.

CONCEIÇÃO, P. C.; AMADO, T. J. C.; MIELNICZUK, J.; SPAGNOLLO, E. Qualidade do solo em sistemas de manejo avaliada pela dinâmica da matéria orgânica e atributos relacionados. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 29, n. 5, p. 777–788, 2005.

COSCIONE, A. R.; SILVA, L. F. M.; DE MARIA, I. C.; ANDRADE, C. A. de; FERRACINI, V. L. Solução do solo e análise de componentes principais para monitoramento da aplicação de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 38, n. 5, p. 1654–1662, out. 2014.

DAHLIN, S.; WITTER, E.; MÅRTENSSON, A.; TURNER, A.; BÅÅTH, E. Where's the limit? Changes in the microbiological properties of agricultural soils at low levels of metal contamination. **Soil Biology and Biochemistry**, Oxford, v. 29, n. 9–10, p. 1405–1415, 1997.

FANG, W.; WEI, Y.; LIU, J. Comparative characterization of sewage sludge compost and soil: Heavy metal leaching characteristics. **Journal of Hazardous Materials**, Amsterdam, v. 310, p. 1–10, 2016.

FERRAZ, A. V. **Ciclagem de nutrientes e metais pesados em plantios de *Eucalyptus grandis* adubados com lodos de esgoto produzidos em diferentes estações de tratamento da região metropolitana de São Paulo**. 2009. 120 p. Dissertação (Mestrado em Recursos Florestais) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

FERRAZ, A. V. **Efeito residual do lodo de esgoto na produtividade e na ciclagem de nutrientes em plantios de *Eucalyptus grandis* e no cultivo de plantas alimentícias (simulando alterações do uso agrícola do solo)**. 2013. 159 f. Tese (Doutorado em Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz". Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

FIRME, L. P. **Produção de madeira e elementos potencialmente tóxicos no sistema solo-eucalipto tratado com lodo de esgoto**. 2009. 81 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

GUEDES, M. C. **Ciclagem de nutrientes após aplicação de LE (biossólido) sobre Latossolo cultivado com Eucalytus grandis**. 2005. 154 f. Tese (Doutorado em Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005.

GUEDES, M. C.; POGGIANI, F. Variação dos teores de nutrientes foliares em eucalipto fertilizado com biossólido. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n. 63, p. 188–201, 2003.

HARRISON, R.; XUE, D.; HENRY, C.; COLE, D. W. Long-term effects of heavy applications of biosolids on organic matter and nutrient content of a coarse-textured forest soil. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v. 66, n. 1–3, p. 165–177, 1994.

KABATA-PENDIAS, A. **Trace elements in soils and plants**. 4. ed. Boca Raton: CRC Press, 2011.

KREBS, R.; GUPTA, S. K.; FURRER, G.; SCHULIN, R. Solubility and Plant Uptake of Metals with and without Liming of Sludge-Amended Soils. **Journal of Environmental Quality**, Madison, v. 27, p. 18–23, 1998.

MALDONADO, C. A. B. **Fertilidade do solo, nutrição e crescimento de plantas de eucalipto ao longo de 46 meses após aplicação de lodo de esgoto**. 2009. 116 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

MARRON, N. Agronomic and environmental effects of land application of residues in short-rotation tree plantations: A literature review. **Biomass and Bioenergy**, Oxford, v. 81, p. 378–400, 2015.

McBRIDE, M. B. Toxic metal accumulation from agricultural use of sludge: Are USEPA regulations protective? **Journal of Environment Quality**, Madison, v. 24, n. 1, p. 5, 1995.

McGRATH, S. P.; ZHAO, F. J. Concentrations of metals and metalloids in soils that have the potential to lead to exceedance of maximum limit concentrations of contaminants in food and feed. **Soil Use and Management**, Wallingford, v. 31, p. 34–45, 2015.

MERLINO, L.; MELO, W.; MACEDO, F.; GUEDES, A.; RIBEIRO, M.; MELO, V.; MELO, G. Bário, cádmio, cromo e chumbo em plantas de milho e em latossolo após onze aplicações anuais de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 34, n. 6, p. 2031-2039, 2010.

NOGUEIRA, T.; OLIVEIRA, L. R.; DE MELO, W. J.; FONSECA, I. M.; DE MELO, G. M. P.; DE MELO, V. P.; MARQUES, M. O. Cádmio, cromo, chumbo e zinco em plantas de milho e em latossolo após nove aplicações anuais de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, Viçosa, v. 32, n. 5, p. 2195–2207, 2008.

NOGUEIRA, T. A. R.; MELO, W. J.; FONSECA, I. M.; MARCUSSI, S. A.; MELO, G. M. P.; MARQUES, M. O. Fractionation of Zn, Cd and Pb in a tropical soil after nine-year sewage sludge applications. **Pedosphere**, Amsterdam, v. 20, n. 5, p. 545–556, 2010.

NOGUEIRA, T. A. R.; FRANCO, A.; HE, Z.; BRAGA, V. S.; FIRME, L. P.; ABREU, C. H. Short-term usage of sewage sludge as organic fertilizer to sugarcane in a tropical soil bears little threat of heavy metal contamination. **Journal of Environmental Management**, London, v. 114, p. 168–77, 2013.

NOGUEIROL, R. C.; DE MELO, W. J.; BERTONCINI, E. I.; ALLEONI, L. R. F. Concentrations of Cu, Fe, Mn, and Zn in tropical soils amended with sewage sludge and composted sewage sludge. **Environmental Monitoring and Assessment**, Dordrecht, v. 185, n. 4, p. 2929–2938, 2013.

OLIVEIRA, C.; SOBRINHO, N. M. B. A.; MARQUES, V. S.; MAZUR, N. Efeitos da aplicação do lodo de esgoto enriquecido com cádmio e zinco na cultura do arroz. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 29, n. 1, p. 109–116, 2005.

OLIVEIRA, F. C.; MATTIAZZO, M. E. Mobilidade de metais pesados em um Latossolo Amarelo distrófico tratado com lodo de esgoto e cultivado com cana-de-açúcar. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 58, n. 4, p. 807–812, 2001a.

OLIVEIRA, F. C.; MATTIAZZO, M. E. Metais pesados em Latossolo tratado com lodo de esgoto e em plantas de cana-de-açúcar. **Scientia Agricola**, v. 58, n. 3, p. 581-593, 2001b.

PAIS, I.; JONES, J. B. J. **The handbook of trace elements**. Boca Raton: CRC Press, 1997.

PARKPAIN, P.; SIRISUKHODOM, S.; CARBONELL-BARRACHINA, A. A. Heavy metals and nutrients chemistry in sewage sludge amended Thai soils. **Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering**, New York, v. 33, n. 4, p. 573–597, 1998.

RAIJ, B.van.; QUAGGIO, J.A.; CANTARELLA, H. **Análise química do solo para fins de fertilidade.** Campinas: Fundação Cargill, 1987. 170 p.

RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGIO, J. A.; FURLANI, A. M. C. **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2. ed. Campinas: Instituto Agromômico; Fundação IAC, 1996. p. 245-260. (Boletim Técnico, 100).

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

ROCHA, G. N.; GONÇALVES, J. L. M.; MOURA, I. M. Mudanças da fertilidade do solo e crescimento de um povoamento de Eucalyptus grandis fertilizado com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, n. 4, p. 623–639, 2004.

SAMPAIO, T. F.; GUERRINI, I. A.; OTERO, X. L.; VAZQUEZ, F. M.; BOGIANI, J. C.; OLIVEIRA, F. C.; GAVA, J. L.; CIOL, M. A.; LITTKE, K. M.; HARRISON, R. B. The impact of biosolid application on soil and native plants in a degraded Brazilian Atlantic Rainforest soil. **Water, Air, and Soil Pollution**, Dordrecht, v. 227, n. 1, 2016. DOI: 10.1007/s11270-015-2689-7.

SAS INSTITUTE. **SAS software 9.3**. Cary, NC, 2012. Disponível em: http://www.sas.com/pt_br/home.html.

SILVA, I. R.; MENDONÇA, E. S. Matéria orgânica do solo. In: NOVAIS, R. F.; ALVAREZ V., V. H.; BARROS, N. F.; FONTES, R. L. F.; CANTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L. (Ed.). **Fertilidade do solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p. 275-374.

SILVA, P. H. M. da. **Produção de madeira, ciclagem de nutrientes e fertilidade do solo em plantios de eucalyptus grandis, após aplicação de lodo de esgoto**. 2006. 117 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola Superior de Agricultura " Luiz de Queiroz", Piracicaba, 2006.

SINGH, R. P.; AGRAWAL, M. Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. **Waste Management**, New York, v. 28, n. 2, p. 347–358, 2008.

SOMMERS, L. E. Chemical composition of sewage sludges and analysis of their potential use as fertilizers. **Journal of Environment Quality**, Madison, v. 6, n. 2, p. 225-232, 1977.

USEPA. **Method 3050B of acid digestion of sediments, sludges, soils**. Revision 2. Washington, DC: US Government Printing Office, 1996.

VODYANITSKII, Y. N. Contamination of soils with heavy metals and metalloids and its ecological hazard (analytic review). **Eurasian Soil Science**, Heidelberg, v. 46, n. 7, p. 793–801, 2013.

WALTER, I.; MARTÍNEZ, F.; ALONSO, L.; CUEVAS, J. de G. Extractable soil heavy metals following the cessation of biosolids application to agricultural soil. **Environmental Pollution**, Barking, v. 117, n. 2, p. 315–321, 2002.

YADA, M. M. **Metais pesados, atributos químicos e bioquímicos em latossolos e plantas de milho após aplicação de lodo de esgoto por dezesseis anos consecutivos**. 2014. 88 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho", Jaboticabal, 2014.

YADA, M. M.; MELO, W. J. de; MINGOTTE, F. L. C.; MELO, V. P. de; MELO, G. M. P. de. Chemical and Biochemical Properties of Oxisols after Sewage Sludge Application for 16 Years. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 5, p. 1303–1310, 2015.