

## Comissão 2.4 - Química do solo

# APLICAÇÃO DO MÉTODO DE MINERALIZAÇÃO DE NITROGÊNIO COM LIXIVIAÇÃO PARA SOLO TRATADO COM LODO DE ESGOTO E COMPOSTO ORGÂNICO<sup>(1)</sup>

Sarah Mello Leite Moretti<sup>(2)</sup>, Edna Ivani Bertoncini<sup>(3)</sup> & Cassio Hamilton Abreu-Junior<sup>(4)</sup>

### RESUMO

A determinação da taxa de mineralização de nitrogênio (N) em solos tratados com resíduos é fundamental para definir as doses a serem aplicadas, fornecendo N às plantas na época adequada, sem perdas do elemento por lixiviação. Inúmeros estudos em solos tratados com resíduos utilizam o teste de mineralização de N sem lixiviação e a caracterização das formas mineralizadas pelo método volumétrico. Em razão da deficiente repetibilidade do teste e da baixa sensibilidade do método de determinação observada em estudos com lodo de esgoto e composto orgânico, adotaram-se o método pouco difundido de mineralização de N com lixiviação e a especificação das formas minerais de N, por meio de métodos espectrofotométricos. O teste foi realizado em colunas de PVC, com 30 mm de diâmetro, preenchidas com terra retirada da camada 0,20 m de um solo classificado como Nitossolo Háplico, álico, argiloso, misturada às seguintes doses de resíduos, em Mg ha<sup>-1</sup> (base úmida): lodo de esgoto - L1: 3,6; L2: 7,2; e L3: 14,4; e composto de lodo de esgoto e material vegetal triturado proveniente da poda de árvores urbanas - C1: 7,2; C2: 14,4; e C3: 28,8. As colunas foram incubadas e lixiviadas periodicamente com solução 0,01 mol L<sup>-1</sup> KCl e as formas minerais de N determinadas colorimetricamente. Maiores taxas de mineralização ocorreram nas menores doses aplicadas de lodo e composto, evidenciando efeito *priming*, indesejado à fertilidade de solos sob condições tropicais. Menores taxas ocorreram nas doses L2 e C2, com valores próximos àqueles sugeridos pela legislação, não suprindo a demanda de N almejada, indicando possível necessidade de revisão na norma vigente. De modo geral, as taxas de mineralização foram maiores para o composto orgânico, enquanto a velocidade de degradação do composto orgânico foi menor que para o lodo, revelando maior distribuição da disponibilidade de N para a cultura ao longo do tempo. O método

---

<sup>(1)</sup> Parte da Dissertação de Mestrado do primeiro autor. Recebido para publicação em 30 de agosto de 2012 e aprovado em 26 de março de 2013.

<sup>(2)</sup> Mestranda em Ciências. Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade São Paulo - CENA/USP. Caixa Postal 96. CEP 13.416-000 Piracicaba (SP). Bolsista da CAPES. E-mail: sarahmello@hotmail.com

<sup>(3)</sup> Pesquisadora Científica da Agência Paulista de Tecnologia dos Agronegócios, APTA-Polo Centro Sul/APTA. Caixa Postal 28. CEP 13.400-970 Piracicaba (SP). E-mail: ebertoncini@apta.sp.gov.br

<sup>(4)</sup> Professor, CENA/USP. E-mail: cahabreu@cena.usp.br

**de mineralização com lixiviação e a determinação das formas de N-minerais por colorimetria evidenciaram-se rápidos e eficientes; estudos com solos e resíduos diversos podem validá-los para seu uso em rotina.**

**Index terms: lodo sanitário, compostagem, decomposição, formas nitrogenadas.**

**SUMMARY: APPLICATION OF NITROGEN MINERALIZATION METHOD WITH LEACHING TO SOIL AMENDED WITH SEWAGE SLUDGE AND ORGANIC COMPOST**

*The determination of the nitrogen (N) mineralization rate in waste-treated soils is important to calculate the residue rates to be applied, supplying plants with mineral N to at the appropriate time, without leaching losses. Most studies on residue-treated soils use the technique without leaching of mineral forms and the volumetric determination method. The repeatability of the test is however poor and the sensitivity of the determination method low, especially in soils amended with sewage sludge and organic compost. In this study we adopted the not very well-known leaching method, with determination of N-mineral forms by spectrophotometer methods. In columns filled with soil taken from a depth of 0.20 m of an alic, loamy soil Hapludox, the following residues doses ( $Mg\ ha^{-1}$  - wet basis) were incorporated: Sewage sludge - L1 = 3.6; L2 = 7.2; L3 = 14.4; and Organic compost (sewage sludge + tree cuttings) - C1 = 7.2, C2 = 14.4, C3 = 28.8. Columns were incubated and periodically leached with a  $0.01\ mol^{-1}\ L\ KCl$  solution, and the N-mineral forms were determined colorimetrically. High mineralization rates at lower sludge and compost rates were observed, indicating a priming effect, which is undesirable in soil management under tropical conditions. Lower N-mineralization rates were observed at L2 and C2, close to those suggested by the Brazilian legislation that regulates sewage sludge application to agricultural soils, but falling short of the N requirement, while higher mineralization rates were observed at the lower and higher doses, suggesting that the current legislation should be reviewed. Generally, the N mineralization rates were higher for organic compost than for sewage sludge, while the degradation speed was lower for the organic compost, indicating a greater distribution of the available N forms over time. The mineralization leaching method with determination of mineral-N forms by colorimetry proved to be fast and efficient, and more studies should test different soils and organic wastes for validation for routine use.*

*Index terms: sanitary sludge, composting, decomposition, nitrogen forms.*

## INTRODUÇÃO

O lodo de esgoto produzido na Estação de Tratamento de Esgoto de Franca - ETE-SABESP/Franca foi pioneiramente utilizado na cultura do café, de 1999 a 2006, mediante projeto que incluía aspectos agrônômicos. A partir de 2006, o uso de lodos sanitários foi restringido pela Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA nº 375 (Brasil, 2006a), no que concerne aos limites máximos permitidos de metais pesados e patógenos, além da proibição do seu uso em hortaliças, raízes e tubérculos, como medida preventiva de saúde pública.

Concomitantemente a essa Resolução, o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) lançou as Instruções Normativas nºs 25 (Brasil, 2009) e 27 (Brasil, 2006), que regulamentam o registro de fertilizantes orgânicos para uso agrícola, permitindo, para lodo de esgoto e derivados, apenas o uso da classe A, excluindo o parâmetro quantificação de vírus.

O resíduo gerado na ETE-Franca caracteriza-se por baixos níveis de contaminação por metais pesados,

porém a quantidade de microorganismos patogênicos supera os valores limites estabelecidos pelas legislações (lodo classe B), como ocorre com a maioria dos lodos gerados nas estações de tratamentos brasileiras, sendo necessária a realização de processos de pós-tratamento, para redução de patógenos.

A compostagem de lodos sanitários é indicada como um dos processos redutores de vetores pela Resolução CONAMA nº 380 (Brasil, 2006b); diversos autores conseguiram a remoção total dos organismos patogênicos de material com esse processo (Stefanutti et al., 2005; Wichuk & McCartney, 2008). Ao mesmo tempo, o processo de compostagem propicia um produto com melhores características físicas, facilitando sua aplicação ao solo, bem como nutricionais (Stefanutti et al., 2005; Amir et al., 2005), além de aumentar o *pool* de matéria orgânica do solo, pela incorporação de substâncias húmicas de difícil degradação, mesmo em solos sob condições tropicais (Bertoncini et al., 2005; 2008). Por sua vez, o uso de resíduo vegetal oriundo da poda de árvore urbana como material estruturante no processo de compostagem com o lodo destina adequadamente o enorme volume

gerado, que sobrecarrega aterros sanitários e ao mesmo tempo gera um composto orgânico enriquecido em substâncias húmicas (D'Orazio et al., 2005), originárias de seu conteúdo em lignina.

Estando a caracterização química e microbiológica dos resíduos orgânicos dentro dos padrões estabelecidos pelas legislações ambientais e agrícolas vigentes, é necessário, então, realizar o cálculo das doses agrícolas adequadas para sua aplicação, considerando como elementos limitantes aqueles predominantes na composição do resíduo ou potencialmente tóxicos ao sistema solo-água-plantas.

A maioria das legislações sobre aplicação de resíduos orgânicos em solos considera o nitrogênio (N) como elemento limitante, pois, normalmente, esse elemento é dominante na composição do resíduo, macroelemento na absorção das plantas e susceptível à lixiviação, com possibilidade de contaminação das águas subterrâneas, em solos sob condições tropicais.

A legislação ambiental vigente (Brasil, 2006) estabelece valores-padrão de 20 e 10 % para a mineralização de lodo de esgoto digerido anaerobicamente e composto de lodo de esgoto, respectivamente, para a dose requerida pela cultura. Contudo, estudos têm encontrado taxas de mineralização maiores (da Cas, 2009; Boeira, 2009; Boeira et al., 2002), indicando que pode estar ocorrendo fornecimento excessivo de N. Também, são observadas variações nos valores da fração de mineralização, em razão das doses aplicadas, da qualidade do material orgânico presente no resíduo e do tipo de solo (Boeira et al., 2002; Boeira, 2009).

O método de mineralização de N mais difundido consiste na incubação em frascos, com a mistura de solo e resíduos. Tais frascos são desmontados a cada sete ou 14 dias para determinar as formas minerais de N, por meio de método volumétrico. Contudo, observou-se nesse método a baixa repetibilidade dos resultados entre as repetições dos mesmos tratamentos, visto que os resíduos são incubados em recipientes distintos (Boeira et al., 2002), além da baixa sensibilidade do método volumétrico para definir as formas minerais de N (Camargo et al., 1997).

A realização do teste de mineralização de N substituindo os potes desmontados por colunas possibilita a observação do processo na mesma amostra, podendo reduzir a variabilidade dos resultados. O teste também é tido como aquele que melhor simula as condições de campo, em que as formas de N mineralizadas são retiradas do sistema pela absorção das plantas e, ou, lixiviação, não havendo acúmulo de substâncias que poderiam inibir o processo de mineralização, como ocorre no teste de mineralização sem lixiviação (Boeira, 2009).

Estudos da década de 1990, para estabelecer as formas  $N-NH_4^+$  e  $N-NO_3^-$ , adaptados para laboratórios de solos que não possuíam cromatografia iônica, mas que necessitavam de resultados precisos em amostras ambientais, podem ser implantados em testes de

mineralização, substituindo sua determinação volumétrica pouco precisa.

Logo, é necessária a realização de testes, com diferentes doses de resíduos, tipos de resíduos e tipos de solo, para construção de banco de dados capaz de fornecer o suporte necessário para manutenção ou reformulação dos valores orientadores para uso agrícola de resíduos, em razão da fração de mineralização de N.

Os objetivos deste trabalho foram avaliar a fração de mineralização de um lodo de esgoto digerido anaerobicamente e de um composto orgânico produzido com o mesmo lodo e material vegetal triturado proveniente da poda de árvores urbanas, utilizando o método de mineralização de N com lixiviação, pouco difundido, mas preconizado pela norma P 4.230 (CETESB, 1999); e determinar as formas minerais de N por método espectrofotométrico. Os dados do ensaio foram confrontados com a necessidade de N da cana-de-açúcar e seu período de maior exigência nutricional.

## MATERIAL E MÉTODOS

O teste de mineralização de nitrogênio (N) com lixiviação para lodo de esgoto foi conduzido de acordo com método citado na Norma P4.230 (CETESB, 1999), para lodos provenientes de sistema de tratamento biológico. O lodo de esgoto utilizado foi proveniente de tratamento de esgoto doméstico por processos aeróbio, anaeróbio e deságue em filtro-prensa com uso de polímeros, produzido na ETE-Franca, SABESP. O mesmo lodo foi usado para a realização do processo de compostagem de material vegetal triturado proveniente da poda de árvores urbanas (poda de árvore), conduzido e monitorado pelo período de 120 dias, em pilhas com revolvimento mecânico periódico.

As amostras dos resíduos foram coletadas e congeladas até a realização do teste. O lodo de esgoto foi seco previamente a 40 °C por 24 h, a fim de facilitar a mistura com o solo. O composto foi utilizado sem secagem prévia e nova determinação do teor de água dos resíduos foi realizada em estufa com circulação forçada a 65 °C por 48 h, realizando-se análises físico-químicas e químicas dos resíduos, de acordo Andrade & Abreu (2006).

O experimento foi montado em triplicatas, em tubos de PVC com 30 mm de diâmetro, 30 cm de altura, em formato de coluna, preenchido lentamente com a mistura de 50 g de solo, coletado de área de Nitossolo Háplico álico, textura argilosa, da profundidade 0,20 m, com as doses dos resíduos e 20 g de areia esterilizada (Figura 1a). Na base de cada tubo, foi adicionada uma manta geotêxtil para evitar a perda de material. Os tubos foram tampados com uma folha de papel alumínio com furos. As doses de resíduos utilizadas, em  $Mg\ ha^{-1}$ , foram calculadas para fornecer porcentagens da quantidade de 100  $kg\ ha^{-1}$  de N (base

úmida), dose utilizada em um ciclo da cultura da cana-de-açúcar: lodo de esgoto - L1: 3,6; L2: 7,2; e L3: 14,4; e composto de lodo de esgoto - C1: 7,2; C2: 14,4; e C3: 28,8. As lixiviações foram realizadas com sistema de irrigação, utilizando equipamento de sorro fisiológico como conta-gotas, distribuindo lentamente 200 mL de KCl 0,01 mol L<sup>-1</sup> na superfície do solo, nos períodos de 0, 7, 14, 28, 42, 56, 70, 84, 98, 112, 126, 140 e 147 dias (Figura 1b). Após as lixiviações, foram adicionados 25 mL de uma solução nutritiva isenta de N composta por 0,02 mol L<sup>-1</sup> CaSO<sub>4</sub>, 0,005 mol L<sup>-1</sup> KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> e 0,002 mol L<sup>-1</sup> MgSO<sub>4</sub>, para restituir os sais perdidos e necessários para a atividade microbiana na decomposição dos resíduos. As colunas foram incubadas a 25-28 °C em BOD, durante todo o período experimental (Figura 1c). No lixiviado coletado, foram definidos colorimetricamente os teores de N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> e N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, para o cálculo da fração de mineralização de cada resíduo.

Para determinar o nitrato, utilizou-se o método proposto por Yang et al. (1998), que consiste no uso de 1,0 mL da amostra, contendo de 0 a 4 mg de N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> L<sup>-1</sup>, adicionando-se 0,5 mL de solução TRI (salicilato de sódio + NaCl + sulfamato de amônio). A mistura foi seca em estufa sob circulação forçada, a 65 °C por 16 h, acrescentando-se em seguida 1,0 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 5,0 mL de água + 5,0 mL de 40 % de NaOH. Após desenvolvimento de coloração amarela que aparece imediatamente e persiste por cerca de dois dias, quando os tubos são mantidos tampados, leu-se a absorbância do extrato a 410 nm, calculando-se a concentração, por meio de curva de calibração.

O íon amônio foi determinado pelo método do salicilato, proposto por Kempers & Zweers (1986), usando de 1,0 a 4,0 mL de lixiviado, completando-se o volume até 4,0 mL com a solução extratora; à alíquota de lixiviado, adicionou-se 0,9 mL da mistura de soluções compostas por nitroprusiato de sódio + salicilato de sódio + citrato de sódio + NaOH e, após agitação, acrescentou-se 0,1 mL de hipoclorito de sódio diluído. A mistura ficou em repouso por 2 h, para desenvolvimento de cor azul esmeralda. Utilizaram-se tubos escuros e repouso em ambiente escuro para que a luz não prejudicasse o desenvolvimento da cor. As leituras foram realizadas a 647 nm, no prazo máximo de 1 h, após o desenvolvimento da cor.

Para cada período de incubação, determinou-se a quantidade de N total mineralizado pela soma do nitrogênio amoniacal (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) e nitrogênio nítrico (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), liberados no processo de decomposição da matéria orgânica, efetuando-se a média das três repetições. Foram estabelecidos os teores de N mineralizado, acumulados ao longo dos 147 dias de realização do teste, para cálculo da fração de mineralização de cada dose aplicada dos resíduos, podendo assim prever a liberação das formas minerais de N, durante o ciclo da cultura agrícola. Os dados foram ajustados ao modelo exponencial de primeira ordem, proposto por Stanford & Smith (1972), utilizando o programa

SigmaPlot (Versão 12.3, Systat Software Inc.) para estimar o N potencialmente mineralizável e a constante de velocidade de mineralização e do tempo de meia-vida:

$$N_{mac} = N_0(1 - e^{-kt})$$

$N_{mac}$  = N mineralizado acumulado no tempo  $t$ ;  $N_0$  = N potencialmente mineralizável; e  $k$  = constante de mineralização.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na figura 1, está evidenciado o esquema adaptado para se realizar o teste de mineralização de N com lixiviação, seguindo a Norma P4.230 (CETESB, 1999), que se apresentou prático e rápido, pois em um único dia realizava-se o processo de lixiviação e as leituras dos valores de N, especialmente quando se considera um volume grande de amostras, sem necessidade de destilação e titulação, que são processos trabalhosos e demorados.

A realização do teste de mineralização com lixiviação melhorou a repetibilidade dentro dos tratamentos, pois a extração das formas mineralizadas foi realizada dentro da mesma coluna, simulando o processo ao longo do tempo. Cerca de 40 % das determinações de nitrato tiveram o desvio-padrão na faixa de 0 a 0,5 para médias, variando de 1,5 a 4,7 µg mL<sup>-1</sup>; outros, 36 %, estiveram na faixa de 1,0 a 2,4 para médias, variando de 2,5 a 5,4 µg mL<sup>-1</sup>. Para o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, 68 % das determinações estiveram na faixa de desvio-padrão de 0 a 0,5 para médias, variando de 0 a 3,5 µg mL<sup>-1</sup>.

O método colorimétrico detectou a faixa de 3,0 a 12,0 mg L<sup>-1</sup>, para N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, e 0,3 a 1,3 mg L<sup>-1</sup>, para N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, aumentando a eficiência de determinação das formas minerais de N, em alíquotas com volume variando de 1,0 a 4,0 mL, indicando a utilização do método para amostras ambientais, em que o volume de extrato obtido, algumas vezes é muito baixo, como solução de solo retirada por meio de cápsulas porosas, extratos de saturação, lixiviados, entre outros.

O lodo de esgoto previamente seco a 40 °C apresentou teor de água a 65 °C, igual a 30,8 %; para o composto de lodo de esgoto foi de 47,4 %. Os teores de N-total do lodo e composto (base seca) foram 3,5 e 1,8 % e a relação C/N foi 6/1 e 12/1, respectivamente.

No lodo, 40 % do N-total encontraram-se na forma mineral (N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) e 60 % na orgânica, enquanto no composto orgânico a distribuição é de 20 % na forma mineral e 80 %, na orgânica, conforme descrito por Leite et al. (2011). Tais resultados confirmaram estudos de Amir et al. (2005) e Corrêa et al. (2006), indicando que o N-mineral liberado durante o processo de decomposição da matéria orgânica foi imobilizado às formas orgânicas, de liberação mais lenta no solo, reduzindo riscos de contaminação de águas subterrâneas com nitrato.

A caracterização química dos compostos (Quadro 1) indicou aumento de 200 e 50 % nos teores de K e Ca, quando comparado ao lodo de esgoto, enquanto os teores de P e Mg mantiveram-se constantes. Os teores de As, B, Ba, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Se, Sb e Zn presentes no lodo da ETE-Franca foram de 1,3; <1,0; 220; 39; 260; 95; <1,0; 1,2; 54,6; 26,3; <1,0; <1,0; e 715 mg kg<sup>-1</sup> de lodo seco; esses valores estão abaixo daqueles estipulados pela resolução CONAMA n° 375 (Brasil, 2006) e Instrução Normativa do MAPA n° 27 (Brasil, 2006). Nos compostos finais, verificou-se ainda a redução dos teores de Cu, Zn e Mn, quando comparado ao lodo de esgoto (Quadro 1).

A maior taxa de mineralização de N para os dois resíduos aplicados ocorreu na menor dose de resíduo incorporada ao solo. Para o composto orgânico, essa menor dose forneceu em torno de 90 % da necessidade de N da cana-de-açúcar, com taxa de degradação de N de 132 %; e, para o lodo de esgoto, a degradação do N foi de 68,6 %, fornecendo em torno de 60 % da necessidade da cultura (Quadro 2), exigindo complementação com N-mineral para nutrição da cultura. Para essa dose, observou-se que a fração de mineralização foi muito maior que aquelas sugeridas pela Resolução CONAMA n° 375 (Brasil, 2006), de 10 e 20 % para o lodo e composto, respectivamente.

Também, para essa menor dose ficou evidenciado o efeito *priming*, isso é, a mineralização do N nativo no solo, tanto para o tratado com lodo de esgoto como para o tratado com composto orgânico. Efeito esse indesejado para a manutenção da fertilidade dos solos, sob condições tropicais, que são deficientes em matéria

orgânica. A adição de um material orgânico rico em nutriente e estabilizado, como o composto orgânico, ativa e acelera a microbiota do solo, degradando até mesmo o N já existente nele (Fontaine et al., 2003).

Para o lodo de esgoto, observou-se no tratamento L2, que a fração de mineralização de N foi de 18 % do N aplicado, fornecendo 30 % da necessidade da planta (Quadro 2), bem próxima à taxa de mineralização preconizada pela norma. O mesmo efeito ocorreu para a dose C2 do composto, considerando a taxa de mineralização de 10 %, preconizada pela Resolução CONAMA n° 375 (Brasil, 2006). Essa segunda dose foi a que esteve mais próxima das taxas de mineralização preconizadas pela Resolução CONAMA, tanto para o lodo como para o composto orgânico; foi aquela que esteve mais distante em atender as necessidades da cultura da cana-de-açúcar, no que concerne a fertilização com N. Contudo, comparando as doses L1 e C1 e as L2 e C2, observou-se drástica redução nas taxas de mineralização dos resíduos, indicando provavelmente diminuição da atividade microbiana.

Para as doses maiores de resíduos L3 e C3, notaram-se aumentos de duas e quatro vezes na taxa de mineralização observada para as doses L2 e C2, justificando o maior conteúdo de material orgânico presente sujeito à decomposição e, ao mesmo tempo, maior taxa de decomposição do composto, quando comparado ao lodo, como, também, verificado na dose C1. Nessas doses, a taxas de mineralização foram de 34 e 41 %, respectivamente para o lodo e composto orgânico, superiores àquelas sugeridas pela Resolução



(a) Montagem das colunas

(b) Lixiviação de colunas com equipamento de soro fisiológico

(c) Incubação de colunas em BOD

Figura 1. Aspecto de teste de mineralização de nitrogênio com lixiviação.

Quadro 1. Caracterização química do lodo de esgoto, do material vegetal utilizado na compostagem (poda de árvore) e do composto orgânico final

Amostra	N	P	K	Ca	Mg	S	Cu	Zn	Mn
Lodo de esgoto	22	11	1,0	14	3,0	9,0	95	715	625
Poda de árvore	11	20	4,0	19	2,0	3,0	15	87	145
Composto	19	12	3,0	21	3,0	5,0	70	527	475

CONAMA, que forneceriam em torno de 117 e 111 %, respectivamente, da necessidade de N da cultura (Quadro 2).

Diversos estudos realizados no Brasil com lodo de esgoto encontraram valores superiores ao previsto pela legislação, considerando a média de doses aplicadas e as suas taxas de mineralização. Boeira (2009) encontrou valores iguais a 25 e 34 %, para lodos de duas estações de tratamento; Corrêa et al. (2006) obteve taxas iguais a 25 %; e Boeira et al. (2002) alcançaram taxas entre 34 e 37 %.

Observou-se que nas doses marginais de resíduos L1 e C1 e L3 e C3 há maior decomposição do composto orgânico quando comparado ao lodo, contrariando algumas conclusões de estudos, que a decomposição seria menor para o composto orgânico, como as de Corrêa et al. (2006). É necessário, contudo, salientar que nesses estudos verificados na literatura, confrontam-se quantidades iguais de lodo e composto adicionados ao solo; sabe-se que os teores de N-total de compostos são bem menores que aqueles encontrados em lodos, já desconsiderando o teor de água dos materiais, refletindo obviamente em menor teor de N mineralizável.

Corrêa et al. (2006) observaram que as taxas de mineralização para o composto orgânico foram maiores que aquelas obtidas para o lodo de esgoto, tanto para o Espodossolo como para o Oxisolo. Para o Oxisolo, solo com características mais próximas ao Nitossolo estudado, a taxa de mineralização do lodo foi de 25 % e a do composto, de 38 %, durante 23 semanas de incubação, contrariando a hipótese dos autores que materiais orgânicos mais estabilizados e humificados apresentariam menor taxa de liberação de N, quando comparado a material orgânico *in natura* como o lodo de esgoto.

Ajustando-se os dados do teste de mineralização ao modelo exponencial de primeira ordem de Standford & Smith (1972), observaram-se, para todas as doses de lodo e composto aplicadas, coeficientes de correlação entre 0,97 e 0,99 (Quadro 3). O modelo proposto pelos

autores determinou os teores de N-mineral acumulado ( $N_{mac}$ ) ao longo de 21 semanas, que foi o período em que o experimento foi conduzido, e estimou um valor de  $N_0$ , que seria o N potencialmente mineralizado nesse período, assim como estima a constante  $k$ , que se refere à velocidade do processo de mineralização de N. Por meio desses valores, foi possível estimar o parâmetro tempo de meia-vida ( $t_{1/2}$ ), que seria o tempo em semanas necessário para que 50 % do valor estimado de  $N_0$  fosse mineralizado.

Entre as doses de lodo de esgoto aplicadas ao solo, verificou-se que a dose L3 apresentou maior teor de N-mineralizável acumulado ( $N_{mac}$ ), sendo seguidas das doses L2 e L1, que não diferiram entre si; o teor mais baixo foi observado no tratamento testemunha (Quadro 3). Para o composto orgânico, em concordância com os resultados observados no quadro 1, notou-se que as doses marginais C1 e C3 apresentaram maiores teores de N-mineral acumulado; o tratamento C2 foi semelhante ao solo testemunha, fornecendo quantidades baixas de N-mineral.

Quando se comparou o teor de N-mineral acumulado entre as mesmas doses de resíduos aplicadas, notou-se maior valor para o composto na primeira dose, quando comparado ao lodo de esgoto, e valores menores para as segundas e terceiras doses. Apesar da terceira dose do composto ter apresentado menor quantidade de nitrogênio mineralizado acumulado, a degradação do resíduo foi maior quando comparado ao lodo de esgoto (Quadro 2), de 40,8 %, para o composto de lodo de esgoto e 34,1 %, para o lodo de esgoto. Logo, essa maior quantidade de N mineralizado acumulado do lodo de esgoto se deveu à maior quantidade de N total aplicado para a dose L3 de lodo de esgoto, e não a maior mineralização desse resíduo.

A velocidade de decomposição ( $k$ /semana) do material orgânico foi igual para todas as doses de lodo aplicadas. Já para o composto, a maior velocidade de decomposição foi para a dose C2; as demais não diferiram significativamente entre si.

**Quadro 2. Fração de mineralização do lodo de esgoto e composto de lodo de esgoto**

Dose de resíduo	N-aplicado	N-mineralizado	Fração de mineralização	N fornecido à cultura de cana-de-açúcar
Mg ha <sup>-1</sup> (base úmida)	mg kg <sup>-1</sup>		%	kg ha <sup>-1</sup>
		Lodo de esgoto		
3,6 (L1)	42,9	29,4	68,6	58,8
7,1 (L2)	85,7	15,3	17,9	30,6
14,3 (L3)	171,4	58,4	34,1	116,8
		Composto de lodo de esgoto		
7,2 (C1)	33,9	44,9	132,3	89,8
14,3 (C2)	67,9	8,0	11,7	16,0
28,7 (C3)	135,7	55,3	40,8	110,6

Já quando se comparou a constante  $k$  dos resíduos, observou-se que as doses C1 e C3 diferiram das doses L1 e L3; para essas doses, a velocidade de mineralização do lodo de esgoto foi maior que a do composto, já para as doses L2 e C2 não diferiram significativamente entre si.

O tempo de meia-vida ( $t_{1/2}$ ) apresentou relação inversamente proporcional à constante  $k$ . O tempo de meia-vida obtido para o tratamento testemunha foi significativamente maior quando comparado ao tempo referente às demais doses de lodo aplicadas, que diferiram entre si, podendo indicar que o material orgânico nativo do solo é mais resistente à decomposição do que aquele fornecido pelo lodo de esgoto.

Para o composto orgânico, o tempo de meia-vida não diferiu entre o solo testemunha e as doses C1 e C2, podendo indicar semelhança na qualidade do material orgânico nativo do solo e naquele incorporado via composto orgânico. Quando se incorporou maior volume de composto orgânico, como na dose C3, observou-se que o tempo de meia-vida aumentou significativamente em relação ao solo testemunha e às demais doses aplicadas.

Quando se comparou o tempo de meia-vida dos materiais orgânicos incorporados ao solo entre as mesmas doses de lodo e composto, notou-se que esse não diferiu significativamente para as doses 0, L1 e C1, assim como para L2 e C2. Para as maiores doses (L3 e C3), notou-se que o tempo de meia-vida é 3,5 vezes maior para o composto orgânico, quando comparado ao lodo de esgoto. Talvez, isso possa indicar acúmulo de substâncias húmicas, que são mais difíceis de decomporem (Santos et al., 2002; D'Orazio et al., 2005), que simularia a aplicação sucessiva de composto orgânico a solos e aumento real de seu *pool*

de matéria orgânica, condição desejável para solos sob condições tropicais, pobres em matéria orgânica e com dificuldades de manter seu teor, em razão das condições favoráveis à rápida decomposição. Epstein (1997) citou que o material orgânico presente em lodos digeridos é composto por citoplasma de bactérias, resultantes do processo de decomposição, proteínas facilmente decompostas em solos, explicando o menor tempo de meia-vida do resíduo no solo.

Deve-se considerar que, em solos argilosos como o utilizado no ensaio, há redução na velocidade de decomposição de material orgânico em virtude da formação de complexos organominerais (Bayer et al., 2002; Bertoncini et al., 2005), que impedem o rápido decaimento do material orgânico no solo.

O tratamento testemunha apresentou tempo de meia-vida de 26,4 semanas, valor maior que aquele encontrado por Stanford & Smith (1972), de 12,8 semanas, em estudo realizado com 39 solos dos EUA; de 12,6 semanas, encontrado por Mariano (2010), em pesquisa realizada com Latossolos Vermelhos e Vermelho-Amarelos eutróficos e distróficos coletados no Estado de São Paulo, provavelmente em razão da textura muito argilosa do Nitossolo deste estudo. Mariano (2010) encontrou correlação positiva entre N<sub>mac</sub> e teor de argila, explicando a variabilidade entre os valores encontrados.

Tão importante quanto se determinar a fração de mineralização do resíduo a ser aplicado é a avaliação do período em que esse N será disponibilizado para a planta, devendo coincidir com o período de maior exigência nutricional da planta, que para a cultura da cana-de-açúcar vai de dezembro a abril. Na figura 2, simulou-se a aplicação dos resíduos ao longo dos meses, com as doses L3 e C3, que suprimam a

**Quadro 3. Estimativa do potencial de mineralização do nitrogênio pela equação de Stanford & Smith (1972)**

Dose do resíduo	N <sub>mac</sub> <sup>(1)</sup>	N <sub>0</sub> <sup>(2)</sup>	R <sup>2(3)</sup>	k <sup>(4)</sup>	t <sub>1/2</sub> <sup>(5)</sup>
Mg ha <sup>-1</sup>	mg kg <sup>-1</sup>			k/semana	semana
Lodo de esgoto					
0	100,0 aC	225,6 aA	0,98	0,029 aA	26,4 aA
3,6 (L1)	126,9 bB	170,4 bA	0,98	0,054 aA	11,8 aB
7,1 (L2)	114,4 aB	139,9 aA	0,97	0,070 aA	10,1 aB
14,3 (L3)	150,9 aA	222,5 bA	0,97	0,054 aA	13,6 bAB
Composto de lodo de esgoto					
0	100,0 aB	225,6 aBC	0,98	0,029 aB	26,4 aB
7,2 (C1)	135,5 aA	264,3 aB	0,99	0,034 bB	21,0 aB
14,3 (C2)	106,8 bB	154,9 aC	0,98	0,077 aA	15,8 aB
28,7 (C3)	137,9 bA	552,6 aA	0,99	0,015 bB	48,0 aA
CV %	6,9	16,6		35,1	26,5

(1) N<sub>mac</sub>: N mineral acumulado; (2) Nitrogênio potencialmente mineralizado; (3) R<sup>2</sup>: coeficiente de correlação do modelo de Stanford & Smith (1972); (4) k/semana: velocidade de decomposição; (5) t<sub>1/2</sub>: meia-vida. Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas entre as mesmas doses de lodo e compostos não diferem entre si. Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas para as doses dentro de cada resíduo não diferem entre si (Tukey a 5 %).

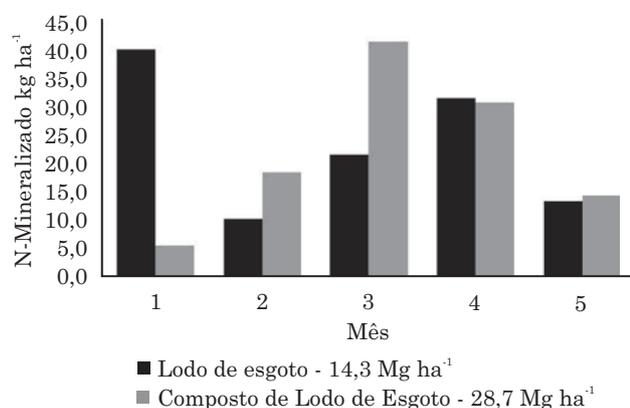
necessidade de nitrogênio da cana-de-açúcar. Observou-se que a liberação de N para o lodo ocorre já no primeiro mês de aplicação, em torno de  $40 \text{ kg ha}^{-1}$ , valor esse atingido pelo composto apenas no terceiro/quarto mês após sua aplicação.

Considerando-se o cultivo da cana na região Sudeste do Brasil, em que as precipitações pluviométricas são altas nos meses de dezembro até março, seria interessante programar a aplicação do lodo de esgoto antes desse período, reduzindo assim perdas de nitrato por lixiviação, em razão da pequena a possibilidade de a cultura absorver essa quantidade de N em um mês. A aplicação no mês de setembro ou mesmo antes talvez fosse interessante, se houvesse umidade no solo suficiente para decomposição do material.

Para o composto orgânico, observa-se que a marcha de decomposição é mais lenta, com picos maiores no terceiro e quarto meses após a aplicação (Figura 2), o que justifica a conclusão de que materiais mais humificados apresentam processos mais lentos de decomposição, quando comparados aos *in natura*. Como para o caso do lodo, a aplicação do composto deveria concentrar-se, também, antes do período chuvoso.

Ressalta-se que o atual estudo considerou apenas uma aplicação dos resíduos incorporados ao solo. Em casos em que haja efeito residual de aplicações anteriores no solo, ou mesmo nos em que os resíduos tenham sido aplicados no campo sem incorporação, como no em que o material foi aplicado sobre a palhada da cana colhida mecanicamente, esses dados podem não ser aplicados. Silva et al. (2010) verificaram, em área com histórico de aplicação de lodo de esgoto de seis anos com três doses diferentes do resíduo, variação nas frações de mineralização do resíduo, em razão da dose aplicada e do histórico de aplicação, proporcionando aumento na quantidade de N disponível para as plantas.

Novos estudos devem ser realizados, confrontando materiais orgânicos *in natura* e humificados, em



**Figura 2. Simulação da evolução da liberação das formas minerais de nitrogênio ao longo de cinco meses.**

diferentes tipos de solos, para confirmação desses resultados. A maior taxa de decomposição observada com a aplicação de composto poderia ser explicada pela melhoria nas propriedades químicas e físico-químicas do lodo de esgoto, quando esse foi submetido ao processo de compostagem, conforme pôde ser observado no quadro 1, e anteriormente discutido, assim como pela redução de contaminantes disponíveis, que poderiam prejudicar processos de decomposição microbiana (Fontaine et al., 2003).

De modo geral, os resultados parecem confirmar que as doses de lodo de esgoto e composto, sugeridas para aplicação no campo pela legislação vigente, são muito maiores que aquelas encontradas como ótimas para o fornecimento de N às culturas observadas em estudos de laboratório, mesmo considerando que no campo há outros fatores envolvidos que possam acelerar ou não o processo de decomposição. Ressalta-se, ainda, que o solo utilizado no estudo apresentou textura argilosa, em que as taxas de decomposição são bem menores que aquelas encontradas em solos arenosos, uma vez que minerais de argila protegem o material orgânico do rápido decaimento (Bayer et al., 2002; Bertoncini et al., 2005).

## CONCLUSÕES

1. O teste de mineralização com lixiviação e determinação colorimétrica das formas minerais de nitrogênio evidenciou-se eficiente, rápido, podendo ser aplicado em outras análises ambientais.

2. A taxa de mineralização do lodo de esgoto e composto de lodo de esgoto que esteve mais próxima aos valores sugeridos pela legislação correspondeu à dose dos resíduos que menos atendeu à necessidade da cultura de cana-de-açúcar de  $100 \text{ kg ha}^{-1}$ .

3. As doses de lodo de esgoto e composto orgânico, aplicadas ao solo que atenderam à demanda da cana-de-açúcar, foram muito menores que aquelas sugeridas pela legislação vigente, indicando que essa legislação pode estar superestimando as taxas de aplicação de lodo e seus derivados.

4. O composto orgânico apresentou maiores taxas de mineralização de N que o lodo de esgoto na menor e na maior dose aplicada; a decomposição dele foi mais lenta ao longo do tempo, apresentando maior tempo de meia-vida.

5. O período de aplicação dos resíduos no campo deve considerar a evolução da mineralização do N-orgânico no solo, pois há riscos de lixiviação de nitratos não absorvidos pela planta.

6. Os resultados encontrados, juntamente com novos estudos que devem ser realizados, seguramente conduzirão a revisões na legislação que regulamenta o uso de lodo de esgoto e derivados em solos agrícolas.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq, pelo financiamento da pesquisa, Processo Nº 575025/2008-5. À CAPES, pelo financiamento da bolsa de mestrado. À SABESP/Franca, pelo apoio logístico no processo de compostagem.

## LITERATURA CITADA

- AMIR, S.; HAFIDI, M.; MERLINA, G. & REVEL, J.C. Sequential extraction of heavy metals during composting of sewage sludge. *Chemosphere*, 59:801-810, 2005.
- ANDRADE, J.C. & ABREU, M.F. análise química de resíduos sólidos para monitoramento e estudos agroambientais. Campinas, Instituto Agronômico, 2006. 178p.
- BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUK, J.; SAAB, S.C.; MILORI, D. & BAGNATO, V.S. Tillage and cropping system effects on soil humic acid characteristics as determined by electron spin resonance and fluorescence spectroscopies. *Geoderma*, 105:81-92, 2002.
- BERTONCINI, E.I.; D'ORAZIO, V.; SENESI, N. & MATTIAZZO, M.E. Effects of sewage sludge amendment on the properties of two Brazilian oxisols and their humic acids. *Biores. Technol.*, 99:4972-4979, 2008.
- BERTONCINI, E.I.; D'ORAZIO, V.; SENESI, N. & MATTIAZZO, M.E. Fluorescence analysis of humic and fulvic acids from two Brazilian Oxisols as affected by biosolid amendment. *Anal. Bioanal. Chem.*, 381:1281-1288, 2005.
- BOEIRA, R.C. Lixiviação de nitrogênio em Latossolo incubado com lodo de esgoto. *R. Bras. Ci. Solo*, 33:947-958, 2009.
- BOEIRA, R.C.; LIGO, M.A.V. & DYNIA, J.F. Mineralização de nitrogênio de lodos de esgoto. *Pesq. Agropec. Bras.*, 11:1639-1647, 2002.
- BRASIL. Conselho Nacional de Meio Ambiente - CONAMA. Resolução nº 375, de 29 de agosto de 2006. Define critérios e procedimentos, para 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 de agosto de 2006a. Seção 1. p.141-146.
- BRASIL. Conselho Nacional de Meio Ambiente - CONAMA. Resolução nº 380, de 31 de outubro de 2006. Define critérios e procedimentos, para uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento e dá outras providências. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 7 de novembro de 2006b. Seção 1. p.141-146.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA. Instrução Normativa SDA nº 25, de 23 de julho de 2009. Aprova as Normas sobre especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos, organominerais e biofertilizantes destinados à agricultura. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 28 de julho de 2009. Seção 1. p.20.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA. Instrução Normativa SDA nº 27, de 05 de junho de 2006. Dispõe sobre fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, para serem produzidos, importados ou comercializados, deverão atender aos limites estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V desta Instrução Normativa no que se refere as concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 09 de junho de 2006. Seção 1. p.15.
- CAMARGO, F.A.O.; GIANELLO, C. & VIDOR, C. Potencial de mineralização do nitrogênio em solos do Rio Grande do Sul. *R. Bras. Ci. Solo*, 21:575-579, 1997.
- COMPANHIA DE TECNOLOGIA E SANEAMENTO AMBIENTAL - CETESB. Norma P4.230 - Critérios para aplicação de biossólidos em áreas agrícolas: Critérios para projeto e operação. São Paulo, 1999. 32p. (Manual Técnico)
- CORRÊA, R.S.; WHITE, R.E. & WEATHERLEY, A.J. Effect of compost treatment of sewage sludge on nitrogen behavior in two soils. *Waste Manage.*, 26:614-619, 2006.
- D'ORAZIO, V.; TRAVERSA, A.; BERTONCINI, E.I.; STEFANUTTI, R. & SENESI, N. Acidi umici estratti da matrici organiche di scarto compostate in un clima tropicale. In: CONVEGNO NAZIONALE SEZIONE ITALIANA, 6., Perugia, 2005. Anais... Perugia, International Humic Substances Society, 2005. p.41-43.
- DA CAS, V.L.S. Mineralização do carbono e do nitrogênio no solo com uso de lodo de esgoto e palha de aveia. Santa Maria, Universidade Federal de Santa Maria, 2009. 69p. (Dissertação de Mestrado)
- EPSTEIN, E. The science of composting. Lancaster, Technomic Publishing Company, 1997. 225p.
- FONTAINE, S.; ANDRÉ, M. & LUC, A. The priming effect of organic matter: A question of microbial competition? *Soil Biol. Biochem.*, 35:837-843, 2003.
- KEMPERS, A.J. & ZWEERS, A. Ammonium determination in soil extracts by the solicylate methods. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, 7:715-723, 1986.
- LEITE, S.M.; BERTONCINI, E.I. & VITTI, A.C. Melhoria de características químicas e eletroquímicas de lodo de esgoto compostado com poda de árvore. In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL SOBRE GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS AGROPECUÁRIOS E AGROÍNDUSTRIAIS, 2., Foz do Iguaçu, 2011. Anais... Foz do Iguaçu, Sociedade Brasileira dos Especialistas em Resíduos das Produções Agropecuária e Agroindustrial, 2011. CD ROM
- MARIANO, E. Mineralização e disponibilização de nitrogênio em solos cultivados com cana-de-açúcar. Piracicaba, Universidade de São Paulo, 2010. 93p. (Dissertação de Mestrado)
- SANTOS, D.S.; ANDRADE, C.A. & MATTIAZZO, M.E. Degradação da fração orgânica de lodos de esgoto após aplicação no solo. In: FERTBIO, Rio de Janeiro, 2002. Anais... Rio de Janeiro, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2002. CD ROM
- SILVA, L. F. M.; COSCIONE, A. R.; ANDRADE, C. A. Degradação do carbono e mineralização do nitrogênio em solo com diferentes históricos de uso agrícola de lodo de esgoto. In: SIMPÓSIO INTERAMERICANO DE BIODISSÓLIDOS, 7., Campinas, 2010. Anais. Instituto Agronômico de Campinas, 2010. CD-ROM

- STANFORD, F. & SMITH, S.J. Nitrogen mineralization potentials of soil. *Proc. Soil Sci. Soc. Am.*, 36:465-472, 1972.
- STEFANUTTI, R.; BERTONCINI, E.I.; COURAUCCI FILHO, B. & FIGUEIREDO, R.F. Redução de helmintos e protozoários de um lodo de esgoto por meio de compostagem. In: SIMPÓSIO INTERAMERICANO DE LODO Y BIOSOLIDO, 2., Viña Del Mare, Chile, 2005. Anais... Viña Del Mare, Chile, Asociación Interamericana de Ingeniería Sanitaria y Ambiental, 2005. CD ROM
- WICHUK, K.M. & McCARTNEY, D. A review of the effectiveness of current time - temperatures regulations on pathogen inactivation during composting. *J. Environ. Eng. Sci.*, 6:573-586, 2008.
- YANG, J.E.; SKOGLEY, E.; SCHAFF, B. & KIM, J. A simple spectrophotometric determination of nitrate in water, resin on soil extracts. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 62:1108-1115, 1998.