

**Universidade Estadual Paulista
“Julio de Mesquita Filho”**

Instituto de Química de Araraquara

**DISPONIBILIZAÇÃO DE METAIS AMBIENTALMENTE
IMPACTANTES EM SOLO TRATADO COM COMPOSTO DE
RESÍDUOS SÓLIDOS URBANOS.**

Tese apresentada ao Instituto de Química,
Universidade Estadual Paulista, como parte dos
requisitos à obtenção do título de Doutor em Química

Andréia Aparecida Cecílio

Orientador: Prof. Dra. Mary Rosa R. de Marchi

Co-orientador: Prof. Dr. Luís Vitor do Sacramento

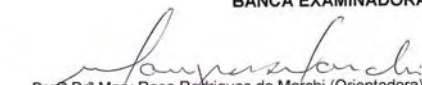
2007

ANDRÉIA APARECIDA CECÍLIO


Tese apresentada ao Instituto de Química,
Universidade Estadual Paulista, como parte
dos requisitos para obtenção do título de
Doutor em Química.

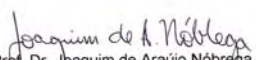
Araraquara, 19 de outubro de 2007.

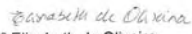
BANCA EXAMINADORA


Prof.ª Dr.ª Mary Rosa Rodrigues de Marchi (Orientadora)
Instituto de Química – UNESP, Araraquara


Prof.ª Dr.ª Marisa Spirandeli Crespi
Instituto de Química – UNESP, Araraquara


Prof. Dr. Pedro de Magalhães Padilha
Instituto de Biociências – UNESP, Botucatu


Prof. Dr. Joaquim de Araújo Nóbrega
Universidade Federal de São Carlos – UFSCar – São Carlos


Prof.ª Dr.ª Elisabeth de Oliveira
Instituto de Química – USP, São Paulo

FICHA CATALOGRÁFICA

C388d Cecílio, Andréia Aparecida
Disponibilização de metais ambientalmente impactantes em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos. / Andréia Aparecida Cecílio. – Araraquara : [s.n], 2007
152 f. : il.

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química
Orientador: Mary Rosa Rodrigues de Marchi
Co-orientador: Luís Vitor do Sacramento

1. Química Analítica. 2. Resíduos sólidos. 3. Metais impactantes.
4. Compostagem. 5. Extração Sequencial. I. Título.

*Este trabalho contou com o apoio financeiro da **FAPESP**.*

Dedico este trabalho primeiramente a Deus!

Aos meus queridos pais Cecílio e Cleide,

Aos meus queridos irmãos Leandro e Luciene,

Aos meus amados sobrinhos Cauã, Tatiane, Taís e Gabriel.

AGRADECIMENTOS

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP, pelo apoio financeiro concedido;

À minha querida orientadora Mary Rosa por toda amizade e paciência tanto nas questões acadêmicas como na minha vida pessoal. Você é com certeza o maior e melhor exemplo de ser humano para todos nós do grupo GRESCO;

Ao meu querido amigo e co-orientador Luís Vitor por todo apoio, amizade, companheirismo em todos os momentos, pelas muitas risadas “insanas”;

À pesquisadora Ana Rita de Araújo Nogueira, Embrapa Pecuária Sudeste – São Carlos, SP pelas determinações dos metais por ICP OES;

Ao Doutor Edivan Vieira pelo auxílio na execução das determinações por ICP OES;

À minha amiga e técnica do laboratório de Botânica da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da UNESP, Angélica, pela amizade e apoio em todos os momentos;

Aos amigos do GRESCO, principalmente a Kellrye pelo auxílio na execução da extração seqüencial.

Aos meus amados amigos Hilton, Gica, Carla e Bianca que apesar de estarem longe nunca deixam de dar uma passadinha em Araraquara;

Aos meus amados amigos Paula, Eite, André, Regiane, Paulo e Teresa por todos os momentos que passamos e continuamos passando juntos;

Ao meu amado “irmão gêmeo siamês” Tadeu pela incondicional amizade;

Às minhas queridas amigas Kris Tavares e Estela por todo apoio, carinho e amizade;

Aos professores, coordenadores e funcionários do Instituto de Química.

“Não devemos nos preocupar em como as coisas são, mas nos maravilharmos por elas serem.”

Heidegger.

“A amizade é o ingrediente mais importante para uma vida feliz”

Epicuro.

“A vida é aquilo que acontece enquanto planejamos o futuro”

John Lennon.

DADOS CURRICULARES

1.DADOS PESSOAIS

- 1.1 Nome:** Andréia Aparecida Cecílio
- 1.2 Nascimento:** 08/02/1977
- 1.3 Nacionalidade:** Brasileira
- 1.4 Naturalidade:** Ribeirão Preto – SP
- 1.5 Estado civil:** Solteira
- 1.6 Filiação:** José Antônio Cecílio
Cleide Aparecida Lopes Cecílio
- 1.7 Profissão:** Química
- 1.8 Documento de identidade:** RG. 24.154.246-7
- 1.9 Cadastro de Pessoa Física:** 283.068.238-69
- 1.10 Endereço Pessoal:** Av. Major Walter Carlson, 42 – Jd. S^{ta} Lúcia – Araraquara-SP - CEP: 14800-125
- 1.11 Endereço Profissional:** Instituto de Química, UNESP, Campus de Araraquara
Departamento de Química Analítica
Caixa Postal 355, Araraquara-SP
CEP: 14801-970
Fone: (16) 33016600 - ramal 6735
e-mail: andreia@iq.unesp.br

2. FORMAÇÃO ACADÊMICA:

- 2.1. Bacharel em Química, curso concluído em dezembro de 2000, no Instituto de Química, UNESP, Campus de Araraquara.
- 2.2. Mestre em Química, dissertação intitulada “*Suportes para Catalisadores de Hidrotratamento à Base de Titânia e Alumina*”, Área de Concentração: Química, concluído em setembro de 2003, no Instituto de Química/ UNESP - Campus de Araraquara

2.3. Doutorado em Química, tese intitulada *“Influência do tempo de contato na disponibilização de metais ambientalmente impactantes em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos”*, Área de Concentração: Química, em andamento, no Instituto de Química/ UNESP - Campus de Araraquara.

2.4. Licenciatura em Química, curso em andamento a ser concluído em dezembro de 2008, no Instituto de Química/ UNESP - Campus de Araraquara.

3. PARTICIPAÇÃO EM REUNIÕES CIENTÍFICAS

- *“Suportes para catalisadores de hidrotratamento a base de titânia e alumina”*, apresentado no 44^o Congresso Brasileiro de Ciências dos Materiais realizado em Natal/RN no período entre 09 a 13 de novembro de 2002.
- *“Improvement of the Mo/TiO₂-Al₂O₃ Catalyst by the Control of the Sol-Gel synthesis”*, XII International Workshop on Sol-Gel Science and Technology – Sydney, Austrália, realizado em 22 de Agosto de 2003.
- *“Structural and Microstructural Analysis of Titanium Aluminium mixed oxide nanoparticles”*, The Annual Meeting of the International Commission on Glass and Related Materials and 2nd International Symposium on Non-Crystalline Solids – Campos do Jordão – SP – realizado em 23 de Setembro de 2003.
- *“Comparação entre dois métodos de extração seqüencial em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos”*, 29^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química realizado em Águas de Lindóia – São Paulo, no período entre 19 a 22 de maio de 2006.
- *“Disponibilização de metais impactantes em função do tempo em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos”*, III Encontro Nacional de Química Ambiental realizado em Cabo Frio – Rio de Janeiro, no período entre 21 a 24 de março de 2006.
- *“Níveis de Co e Zn em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos (CRSU)”*, Congreso Internacional de Toxicología y Seguridad Química y XII Congreso Asociación Latino Americana de Toxicología Alatox Realizado em Santiago - Chile, de 21 a 25 de agosto de 2006.

4. TRABALHOS CIENTÍFICOS PUBLICADOS

- Cecílio, A. A., Pulcinelli, S. H., Santilli, C. V., Silva, V. T. "Improvement of the Mo/TiO₂-Al₂O₃ catalyst by the control of the sol-gel synthesis", J. of Sol-Gel Sci. and Technol., v.31, p.87 - 93, 2004.

5. TRABALHOS CIENTÍFICOS SUBMETIDOS PARA PUBLICAÇÃO

- Cecílio, A. A.; Marchi, M. R. R.; Sacramento, L. V. S.; Nogueira A. R. A. "Metal availability in soil amended with urban solid waste compost (USWC), evaluated by sequential extraction", Archives of Environmental Contamination and Toxicology, 2007.

6. CONHECIMENTO DE LINGUAS ESTRANGEIRAS:

6.1- Inglês: leitura, escrita, compreensão e conversação.

6.2- Espanhol: leitura e compreensão.

7. ORIENTAÇÕES E SUPERVISÕES CONCLUÍDAS:

Iniciação científica:

1. Kellrye Leite Nogueira. **Extração sequencial de metais em solo**. 2006. Iniciação científica (Química/Licenciatura) - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho

8. PARTICIPAÇÃO EM BANCA DE TRABALHOS DE CONCLUSÃO:

Graduação:

1. CECÍLIO, A. A.

Participação em banca de monografia de Georgia Dellmilio Bloisi. **Determinação de nitrogênio-nitrato em solo e em percolado de solo, tratado com composto de cervejaria**, 2006
(Química/ Bacharel) Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho

2. CECÍLIO, A. A.

Participação em banca de monografia de Stephane Franco. **Nitrato em solo tratado com aditivos orgânicos: comparação de métodos analíticos e influência do tempo de contato**, 2006
(Química/ Bacharel) Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS.....	12
LISTA DE FIGURAS.....	13
ANEXO A: Tabelas.....	16
RESUMO.....	21
ABSTRACT.....	23
1 – INTRODUÇÃO.....	24
2 – OBJETIVOS.....	28
3 – REVISÃO DA LITERATURA.....	28
3.1 – Aplicação de composto de resíduos sólidos urbanos ao solo, com fins agrícolas.....	28
3.2 – Extração fracionada ou seqüencial de metais no solo.....	31
3.3 – Dinâmica dos metais no solo.....	35
3.4 – Legislação.....	43
3.5 – Métodos instrumentais de análise: ICP-OES.....	47
3.6 - Tratamento estatístico.....	49
4 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	51
4.1 – Origem do composto de resíduos sólidos urbanos utilizado neste trabalho.....	51
4.2 – Origem do solo de estudo.....	53
4.3 – Montagem do experimento.....	54
4.4 – Amostragem para análise dos solos.....	56
4.5 – Reagentes utilizados na extração seqüencial.....	57
4.6 – Método utilizado para extração seqüencial dos metais no solo.....	58

5. DESTINAÇÃO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS GERADOS DURANTE ESTE ESTUDO.....	60
6 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	60
6.1 - Atributos do solo antes da adição dos aditivos e relação C/N do composto utilizado neste estudo.....	60
6.2 - Atributos do solo após a adição dos aditivos.....	64
6.3 - Determinações por ICP OES.....	69
6.3.1 - Determinação dos metais no solo após 25 dias da incorporação dos aditivos.....	72
6.3.2 - Determinação dos metais no solo ao longo do tempo em casa de vegetação e estufa incubadora.....	75
6.3.2.1 - Fração I (solúvel, trocável, ligados a carbonatos).....	75
6.3.2.2 - Fração II (forma redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn).....	84
6.3.2.3 - Fração III (forma oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos).....	88
6.3.2.4 - Fração Residual.....	90
6.4 - Análise estatística: estudo da variância (Teste F).....	92
6.5 - Análise estatística: Aplicação do Teste de Tukey.....	94
6.5.1 – Experimento conduzido em casa de vegetação.....	94
6.5.2 – Experimento conduzido em estufa incubadora.....	106
7. CONCLUSÕES.....	117
8. TRABALHOS FUTUROS.....	118
9. REFERÊNCIAS.....	120

LISTA DE TABELAS

Tabela I: Valores orientadores (concentrações em mg kg^{-1}) para os metais estudados neste trabalho nos solos no Estado de São Paulo.....	47
Tabela II: Características dos reagentes empregados na extração.....	57
Tabela III: Atributos físicos do solo empregado neste experimento.....	61
Tabela IV: Atributos químicos do solo empregado neste experimento.....	61
Tabela V: Interpretação dos valores de CTC, SB e V% em solos.....	63
Tabela VI: Análise de C e N e relação C/N para o composto utilizado neste estudo.....	64
Tabela VII: Atributos químicos do solo após 25 dias de incubação.....	64
Tabela VIII: Interpretação da relação C/N do solo.....	67
Tabela IX: Análise de C e N após 25 dias da incorporação do composto ao solo.....	68
Tabela X: Análise de C e N para os tratamentos em diferentes tempos de incorporação....	69
Tabela XI: Parâmetros de operação do ICP-OES.....	70
Tabela XII: Teste F da análise de variância: significância e coeficiente de variação (CV) para os metais estudados em diferentes tempos de incorporação dos aditivos ao solo.....	93

LISTA DE FIGURAS

Figura 01: Esquema do sistema Sanecom de compostagem, Araras, SP.....	52
Figura 02: Esquema do sistema Dano de compostagem, Vila Leopoldina-SP.....	53
Figura 03: Foto ilustrativa do experimento na casa de vegetação.....	55
Figura 04: Foto ilustrativa do experimento na incubadora.....	56
Figura 05: Comportamento do cádmio ao longo do tempo na fração solúvel.....	79
Figura 06: Comportamento do cobalto ao longo do tempo na fração solúvel.....	80
Figura 07: Comportamento do crômio ao longo do tempo na fração solúvel.....	81
Figura 08: Comportamento do cobre ao longo do tempo na fração solúvel.....	81
Figura 09: Comportamento do manganês ao longo do tempo na fração solúvel.....	82
Figura 10: Comportamento do níquel ao longo do tempo na fração solúvel.....	83
Figura 11: Comportamento do chumbo ao longo do tempo na fração solúvel.....	83
Figura 12: Comportamento do zinco ao longo do tempo na fração solúvel.....	84
Figura 13: Distribuição do Cd nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	94
Figura 14: Distribuição do Cd nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....	95
Figura 15: Distribuição do Co nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	96
Figura 16: Distribuição do Co nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....	97
Figura 17: Distribuição do Cr nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	97
Figura 18: Distribuição do Cr nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....	98

- Figura 19: Distribuição do Cu nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....99
- Figura 20: Distribuição do Cu nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....99
- Figura 21: Distribuição do Mn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....100
- Figura 22: Distribuição do Mn nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....101
- Figura 23: Distribuição do Ni nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....102
- Figura 24: Distribuição do Ni nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....102
- Figura 25: Distribuição do Pb nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....103
- Figura 26: Distribuição do Pb nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....104
- Figura 27: Distribuição do Zn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....105
- Figura 28: Distribuição do Zn nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.....105
- Figura 29: Distribuição do Cd nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....106
- Figura 30: Distribuição do Cd nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....107
- Figura 31: Distribuição do Co nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....108

Figura 32: Distribuição do Co nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	108
Figura 33: Distribuição do Cr nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	109
Figura 34: Distribuição do Cr nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	110
Figura 35: Distribuição do Cu nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	110
Figura 36: Distribuição do Cu nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	111
Figura 37: Distribuição do Mn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	112
Figura 38: Distribuição do Mn nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	112
Figura 39: Distribuição do Ni nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	113
Figura 40: Distribuição do Ni nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	114
Figura 41: Distribuição do Pb nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	115
Figura 42: Distribuição do Pb nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	115
Figura 43: Distribuição do Zn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).....	116
Figura 44: Distribuição do Zn nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.....	117

ANEXO A: Tabelas

Tabela A1: Atributos físicos ou análise granulométrica após 25 dias da incorporação dos aditivos.....	128
Tabela A2: Atributos físicos ou análise granulométrica para os 6 tratamentos nos experimentos conduzidos em estufa incubadora (BOD) e em casa de vegetação (Cas Veg) para os tempos de incorporação de 85 a 265 dias.....	129
Tabela A3: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (85 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD 30°C.....	130
Tabela A4: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (85 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação..	130
Tabela A5: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à terceira amostragem (145 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora..	131
Tabela A6: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à terceira amostragem (145 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação..	131
Tabela A7: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (205 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD a 30°C.....	132
Tabela A8: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (205 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.....	132
Tabela A9: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (265 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD a 30°C.....	133
Tabela A10: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (265 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.....	133
Tabela A11: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) (n=4) na fração I (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).....	134
Tabela A12: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).....	134

Tabela A13: Médias das concentrações dos metais (mg kg^{-1}) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).....135

Tabela A14: Médias das concentrações dos metais (mg kg^{-1}) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).....135

Tabela A15: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).....136

Tabela A16: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).....136

Tabela A17: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).....137

Tabela A18: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).....137

Tabela A19: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).....138

Tabela A20: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).....138

Tabela A21: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).....139

Tabela A22: Médias das concentrações dos metais ($\text{mg de metal kg}^{-1}$ de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).....139

Tabela A23: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).....	140
Tabela 24: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).....	140
Tabela A25: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).....	141
Tabela A26: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).....	141
Tabela A27: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).....	142
Tabela A28: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).....	142
Tabela A29: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).....	143
Tabela A30: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).....	143
Tabela A31: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg ⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na fração III (forma oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).....	144

Tabela A32: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).....144

Tabela A33: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).....145

Tabela A34: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).....145

Tabela A35: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em estufa incubadora (85 dias após adição do composto).....146

Tabela A36: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).....146

Tabela A37: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).....147

Tabela A38: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).....147

Tabela A39: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).....148

Tabela A40: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).....148

Tabela A41: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).....149

Tabela A42: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).....149

Tabela A43: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).....150

Tabela A44: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).....150

Tabela A45: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).....151

Tabela A46: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg^{-1} de solo) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição dos aditivos).....151

RESUMO

O composto de resíduos sólidos urbanos apresenta grande potencialidade como aditivo de solo. No entanto, por utilizar como material de partida o lixo urbano não submetido à coleta seletiva, poderão estar presentes substâncias indesejáveis, como os metais potencialmente tóxicos que podem afetar o desenvolvimento de plantas, contaminar o meio ambiente e entrar na cadeia trófica. Neste trabalho, estudou-se a disponibilização de alguns metais (Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Pb, Ni e Zn) em função do tempo de permanência em solo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos (CRSU) e com calcário, em casa de vegetação e estufa incubadora BOD (*Biologic Oxygen Demand*), utilizando a metodologia de extração seqüencial proposta pela *Standards, Measurements and Testing Programme of the European Union (SM& T)*, para a determinação das possíveis formas dos metais nas diferentes frações dos solos, utilizando equipamento espectrômetro de emissão óptica com plasma induzido em argônio (ICP OES).

Os resultados das análises por ICP OES referentes à primeira amostragem (após 25 dias da incorporação do composto ao solo), evidenciaram que, embora o composto tenha favorecido o aumento da concentração de alguns metais no solo, esses metais permanecem em formas pouco lábeis (fração residual) e, portanto, indisponíveis à absorção pelas plantas ou a lixiviação.

A partir de 85 dias, o experimento foi conduzido nos dois sistemas já mencionados, casa de vegetação e BOD. Com relação ao experimento conduzido em casa de vegetação, em todos os tempos de incorporação dos aditivos, não se observa metais em concentrações acima dos limites estipulados pela CETESB em frações disponíveis para as plantas ou passíveis de serem lixiviadas, não representando risco de contaminação. Com relação ao

experimento conduzido em BOD, observaram-se concentrações de metais, como Cd acima dos limites estipulados pela CETESB em frações disponíveis para as plantas e passíveis de serem lixiviadas representando riscos de contaminação ambiental.

ABSTRACT

The urban solid waste compost has been recognized as potential additive to soil. However, undesirable substances, such as toxic metals, could be present in the final product and that can affect the development of plants, to contaminate the environment. In this work, intend to study the available of some metals (Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Pb, Ni and Zn) in function of the time of permanence in soil done treat with urban solid waste compost and with conventional additive (agricultural lime), in vegetation home and does it stew incubator BOD, done using the methodology of sequential extraction propose by the Standards, Measurements and Testing Programme of the European Union (SM & T), for the determination in the possible ways of the metals in the different fractions of the soils, done using inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES).

The results of the analyses for ICP-OES regarding the first sampling (after 25 days of the incorporation of the composition to the soil), evidenced that, although the composition has favored the increase of the concentration of some metals in the soil, those metals stay in forms unavailable (residual fraction) and, therefore, unavailable to the absorption for the plants.

Starting from 85 days, the experiment was driven in the two systems mentioned already, vegetation house and BOD. Regarding the experiment driven vegetation home, in all of the times of incorporation of the additive ones, it is not observed metals in concentrations above the limits stipulated by CETESB in available fractions for the plants or susceptible to they be leached, not representing risk of environmental contamination. Regarding the experiment driven in BOD, it was observed concentrations of metals, like Cd above the limits stipulated by CETESB in available fractions for the plants and susceptible to they be leached representing risks of environmental contamination.

1. INTRODUÇÃO

Atualmente é fácil perceber a perturbação que o homem causa ao destruir um ecossistema interrompendo o seu equilíbrio biológico. Nos ecossistemas terrestres esse equilíbrio é formado por uma complexa interação entre as comunidades vegetais, animais e outros componentes, principalmente o solo. O intenso processo de industrialização, pelo qual o país passou nos últimos 30 anos, o crescimento populacional, o desmatamento indiscriminado e a ocupação inadequada de áreas foram responsáveis por graves desequilíbrios ambientais como, por exemplo, o desenvolvimento acelerado de processos erosivos, com conseqüente perda de fertilidade dos solos e assoreamento de rios. Aliado à atividade humana, ao clima tropical e subtropical de países como o Brasil e às condições de origem geológicas, os terrenos acidentados também contribuem para que grande parte dos solos seja de baixa fertilidade, deixando-os mais susceptíveis às agressões provocadas pela ação antrópica (BERTONI, 1999, citado por PASSOS, 2004).

Para Espírito Santo (2001), a atividade industrial exerce uma forte influência no processo de degradação dos solos. As emissões atmosféricas, por exemplo, podem desencadear uma série de reações que podem levar à morte da vegetação, acarretando a desestruturação e o desaparecimento da vida no solo. Do mesmo modo, a deposição de resíduos industriais no solo contamina o lençol freático, o próprio solo e compromete o equilíbrio do mesmo.

De acordo com Lima et al. (2001), apesar dos impactos advindos da ação antrópica no meio ambiente, a utilização dos recursos naturais se faz necessária, no entanto, a ocupação humana, as atividades industriais e os sistemas agrícolas devem ser compatíveis com a natureza do solo e com seu ecossistema, mantendo equilibrado o binômio utilização-conservação.

Segundo Souza (2001), o homem é um articulador entre o meio ambiente e o que a humanidade produz. É responsável pelo equilíbrio entre a retirada de matérias primas da natureza e os impactos ambientais a ela causados. Por essa razão, ele deve se conscientizar da problemática ambiental causada pela excessiva demanda de materiais produzidos para atender os anseios da sociedade moderna e deve sempre buscar alternativas, que precisam ser cada vez mais focadas em “tecnologias limpas”, ou seja, em tecnologias que permitam o máximo reaproveitamento dos resíduos gerados, afim de que se consiga um desenvolvimento sustentável, contribuindo para a preservação do meio ambiente, garantindo sua sobrevivência e das gerações futuras.

Percebe-se, portanto, que a sociedade atual, entre os problemas globais que a preocupam, tem dois originados pelo crescimento demográfico. Um é a demanda de alimentos (milho, soja, trigo etc) e suprimento de suas necessidades (energia, casa, roupa, estradas etc), que com o passar do tempo, desgastam a terra, diminuem sua fertilidade, exportando dela macro e micronutrientes que necessitam serem repostos, pois os seres heterotróficos, que se alimentam da biomassa produzida pelos autotróficos, entre eles o homem que está no topo da cadeia alimentar, terão uma alimentação deficiente de elementos essenciais (SANDERS, 1979; PIGOZZO, 2004). O outro é o aumento dos “lixos ou rejeitos” urbanos que, descartados sem prévio tratamento, comprometem o meio ambiente (PIGOZZO, 2004). A reciclagem agrícola de resíduos urbanos domiciliares e industriais tornou-se uma alternativa do esforço da sociedade em preservar o meio ambiente e, ao mesmo tempo, dar uma solução ao problema criado pelo aumento de tais rejeitos.

Os metais impactantes estão naturalmente presentes nos solos. Um aumento no teor destes metais apresenta efeitos significativos sobre a qualidade ambiental. Muitos poluentes inorgânicos tóxicos ocorrem em solos e podem ser de origem natural, quando advêm do

intemperismo da rocha de origem, ou devido à contribuição antrópica. Alguns deles são tóxicos, mesmo em quantidades-traço, e sua toxicidade aumenta com o acúmulo no solo (SASTRE, 2002).

A poluição do solo por metais está ligada a processos de acúmulo e transporte dessas espécies, que dependem de suas interações com o solo. A adsorção é um processo importante e responsável pelo acúmulo de metais no solo. As interações metais-solo são bastante complexas, envolvendo adsorção, dessorção, além de reações de precipitação, dissolução, complexação e oxirredução, nas fases orgânicas e inorgânicas dos solos. Estas reações são influenciadas pelos atributos dos solos, destacando-se pH, potencial redox, textura, composição mineral, capacidade de troca catiônica (CTC), competição por sítios de adsorção, quelação, teor e qualidade dos compostos orgânicos na fase sólida e na solução do solo, além das propriedades específicas de cada metal (MOURA, 2006).

Vários elementos químicos presentes nos solos são fisiologicamente essenciais para o crescimento e a reprodução vegetal, constituem os macronutrientes. Os demais elementos essenciais que estão presentes em menor quantidade denominam-se micronutrientes. Os elementos chumbo, cádmio, ferro, cobre, manganês, zinco, crômio, cobalto e níquel são freqüentemente estudados em solos, pois seus níveis no ambiente podem ser traduzidos em níveis confiáveis de fertilidade ou poluição ambiental. Metais como ferro, cobre, zinco e manganês são essenciais, isto é, são indispensáveis aos sistemas biológicos; cobalto e níquel são elementos que colaboram com o desenvolvimento das plantas, mas sua falta não é considerada um fator limitante, enquanto que, chumbo, crômio e cádmio são considerados não essenciais e até mesmo tóxicos, dependendo do teor. Os metais essenciais também

podem produzir efeitos tóxicos, quando são absorvidos em quantidades elevadas (TUZEN, 2003; RAIJ, 1991).

O transporte de longo alcance de poluentes atmosféricos é considerado a principal fonte de metais impactantes em áreas naturais, pois as concentrações de alguns metais apresentam uma distribuição similar para regiões com diferentes densidades populacionais e atividades veiculares. As quantidades de metais impactantes no solo também estão relacionadas com fontes locais de poluição provenientes de atividades industriais, de processos de incineração e de queima de combustíveis fósseis. (LI, 2004).

O movimento vertical e descendente de contaminantes pelo perfil dos solos agrícolas pode significar um grande problema para a sociedade contemporânea (OLIVEIRA F. C., 2001).

Embora o solo seja uma barreira natural de proteção aos aquíferos subterrâneos, os fatores que governam sua capacidade em reter metais impactantes são extremamente complexos, o que dificulta sobremaneira o seu entendimento e as possibilidades de previsões acerca do comportamento desses elementos, principalmente em longo prazo. Sabe-se que a maior ou menor mobilidade dos metais será determinada pelos atributos do solo, como teores e tipos de argila, pH, CTC, teor de matéria orgânica, entre outros, que influenciarão a adsorção-dessorção, precipitação-dissolução, complexação e oxirredução (BRADL, 2004; OLIVEIRA F. C., 2001).

Em solos tratados com composto de lixo, a mobilidade de metais tem sido apontada como baixa (OLIVEIRA, S. C., 2001). No entanto, a eficiência do solo em reter tais elementos, em função do tempo, dos níveis de ocorrência da contaminação, dos fatores

climáticos envolvidos e das taxas de degradação da carga orgânica dos diferentes resíduos contaminantes, vem sendo muito questionada (OLIVEIRA, F. C., 2001).

Neste contexto, muitas dúvidas a respeito desta questão são bastante pertinentes, sobretudo pela existência de poucos trabalhos que levem em consideração as mais diversas condições de ambiente e de solos.

2. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é avaliar a influência do tempo de contato na disponibilização de metais (Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Pb, Ni e Zn) em latossolo vermelho representativo do Estado de São Paulo tratado com composto de resíduos sólidos urbanos e com aditivo convencional (calcário) utilizando a extração seqüencial.

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 – Aplicação de composto de resíduos sólidos urbanos ao solo, com fins agrícolas

A aplicação de composto de lixo em solos agrícolas, como fertilizante orgânico ou condicionador do solo, cresceu substancialmente no Brasil, seguindo uma tendência mundial e acompanhando a demanda gerada por um acentuado crescimento da população (TSUTIYA, 2001).

A compostagem é uma forma de reciclagem, pois aproximadamente 50% da parte orgânica do lixo é reaproveitada. Esse processo, além de diminuir o volume dos resíduos urbanos, apresenta como produto final um composto que pode ser usado na fertilização do solo, a partir dos nutrientes contidos na fração orgânica do lixo (CRAVO, 1998).

O composto é um material rico em substâncias húmicas. Essas substâncias originam-se da degradação química e biológica de resíduos de plantas e animais e da

atividade metabólica de microorganismos. Além da ação fertilizante, elas desempenham importantes funções no ambiente, isto é, aumentam a retenção de calor pelo solo (graças a sua coloração tipicamente escura) e possuem alta capacidade de retenção de água evitando percolação excessiva, contribuindo com a conservação do solo contra a erosão. Uma outra propriedade importante das substâncias húmicas é a habilidade de interagir com íons metálicos para formar complexos (quelatos) de diferentes estabilidades e características estruturais devido ao alto teor de grupos funcionais contendo oxigênio, tais como: carboxilas, hidroxilas fenólicas e carbonilas (BARROS, 1994).

O tratamento da fração orgânica do lixo por compostagem, visando a utilização do composto produzido como condicionador ao solo, apresenta-se como uma combinação perfeita que soluciona parte do problema social e ambiental do lixo urbano, além de propiciar uma agricultura de melhor qualidade e custo inferior.

No entanto, como consequência da coleta não seletiva dos resíduos sólidos e da inexistência de um controle sobre a presença de metais durante o processo de compostagem, a maioria dos compostos de lixo apresenta em sua composição, além de nutrientes e matéria orgânica, organismos patogênicos, compostos orgânicos persistentes e tóxicos, e metais potencialmente tóxicos (OLIVEIRA F. C., 2002). Estes metais podem expressar seu potencial poluente diretamente sobre os organismos do solo, pela disponibilidade às plantas, pela contaminação de águas superficiais, via erosão do solo, e das águas superficiais, por sua movimentação vertical e descendente no perfil do solo (OLIVEIRA F. C., 2002). Portanto conhecer distribuição desses elementos no solo é essencial para a avaliação do impacto ambiental provocado pelo uso agrícola de composto de lixo urbano, uma vez que a extensão desse impacto está diretamente relacionada com a habilidade do solo em reter esses metais (OLIVEIRA F. C., 2002).

Em sua revisão, Oliveira, F. C. (2002), cita vários autores que concluíram que a lixiviação de metais para águas de superfície, em solos agrícolas tratados com composto de lixo, pode ser considerada desprezível, porque as ínfimas quantidades de metais lixiviadas do composto deverão ter sua mobilidade atenuada pelas camadas do subsolo. Além disso, devido à elevada estabilidade da interação metal - substâncias húmicas no composto, o teor de metais potencialmente disponíveis é baixo em relação ao teor total de metal neste material (OLIVEIRA, T. S., 1996). No entanto, quando adicionado ao solo, com a variação das condições ambientais e a ação microbiológica, esses metais podem vir a disponibilizar-se. Essa disponibilidade está relacionada com o teor total dos mesmos na matriz estudada, com o pH, salinidade, teor de matéria orgânica, temperatura e umidade no ambiente edáfico (MALAVOLTA, 1976) e com as transformações diretas (reações redox e conversões) e indiretas (liberação de metabólitos), destruindo o material húmico, desestabilizando o quelato e, conseqüentemente, liberando os metais (GROSSI, 1993).

Em solos de regiões tropicais existem muitas dúvidas a respeito da mobilidade dos metais ambientalmente impactantes, justificadas, em parte, pela carência de estudos de longo prazo, agravados pela tendência de grande mobilidade desses metais, já que nessas regiões predominam solos altamente intemperizados sob regimes de temperatura e precipitação pluviais elevadas.

A maioria dos trabalhos a respeito desse tema tem se limitado à avaliação dos teores totais desses metais no composto, o que não aquilata adequadamente a sua disponibilidade no solo quando esse composto for utilizado com fins agrícolas.

3.2 – Extração fracionada ou seqüencial de metais no solo

O conhecimento das formas químicas dos metais do solo permite melhor avaliação sobre a biodisponibilidade e mobilidade desses metais e seus riscos ao meio ambiente. Canet et al. (1997), citado por Collier (2004), verificaram aumento da fração trocável somente para Cd em solos calcários tratados durante sete anos com composto de resíduos sólidos urbanos (CRSU). Mazur (1997), observou redução da fração trocável e aumento das frações extraídas com cloridrato de hidroxilamina (óxidos de Fe e Mn), e também que ao longo do tempo de incubação houve menor mobilidade / biodisponibilidade de Ni, Pb, Zn e Cu em solos incubados com (CRSU) durante 24 semanas. Jeevan Rao et al. (1996), mostraram que a absorção de metais impactantes pelas plantas, geralmente ocorre abaixo dos níveis que causam manifestação de sintomas de toxicidade e prejuízo na produção. Entretanto, poderá interferir na qualidade dos alimentos, conforme verificado por Soares (2002).

Nas últimas décadas vários procedimentos de extração parcial de metais das matrizes sedimentares foram desenvolvidos com o objetivo de estabelecer as associações dos elementos traço com fases específicas. A capacidade de simular as diferentes condições ambientais (ácido, alcalino, oxidante ou redutor) em contato com a fase sólida em solos e sedimentos faz dos métodos de extração seqüencial ou seletiva, uma ferramenta útil na caracterização do comportamento químico (mobilidade, solubilidade, biodisponibilidade e toxicidade) dos elementos traço no meio ambiente (TEÓDULO, 2003).

O teor fitodisponível de metais impactantes presentes em solos tratados com composto de lixo é fundamental na avaliação do risco de entrada desses elementos, potencialmente tóxicos na cadeia alimentar (ENVIRONMENTAL PROTECTION

AGENCY, 1993, citado por PIRES, 2004). Entretanto, ainda não foi estabelecido um método que estime eficientemente teores fitodisponíveis de metais impactantes em solos e espécies vegetais diferentes (MATTIAZZO, 2001). A principal dificuldade na escolha do extrator é a variação de sua eficiência quanto a quantidade e tipo de metal presente no composto, o tipo de solo, a presença de outras espécies químicas e a espécie vegetal em questão (BERTONCINI, 2002).

Mattiazzo et al. (2001), fizeram uma revisão sobre a eficiência dos extratores utilizados para estimar fitodisponibilidade e concluíram que, com exceção de Cu e Zn ainda não existe um extrator que apresente boa correlação com as quantidades de metais absorvidas pelas plantas.

Vários métodos de extração têm sido propostos, envolvendo diferentes tipos de soluções. Soluções neutras, com força iônica similar à do solo, como $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ de CaCl_2 (URE, 1995), são freqüentemente utilizadas na previsão de teores fitodisponíveis de metais impactantes, assim como soluções de ácidos fortes, como HCl ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$) (PIRES, 2004) e Mehlich 1 (HCl $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ e H_2SO_4 $0,0125 \text{ mol L}^{-1}$) (NELSON, 1953). Agentes quelantes como DTPA (ácido dietilenotriaminopentacético), ou soluções ácidas e quelantes como o Mehlich 3 (CH_3COOH $0,2 \text{ mol L}^{-1}$, NH_4NO_3 $0,25 \text{ mol L}^{-1}$, NH_4F $0,015 \text{ mol L}^{-1}$, HNO_3 $0,013 \text{ mol L}^{-1}$, EDTA $0,001 \text{ mol L}^{-1}$ pH $2,5 \pm 0,1$), (MEHLICH, 1984), também são utilizados.

O DTPA-TEA (pH 7,3) (ácido dietilenotriaminopentacético - trietanolamina), desenvolvido por Lindsay (1978), é um extrator bastante utilizado no Estado de São Paulo em estudos de previsão da fitodisponibilidade. Embora esse extrator tenha sido desenvolvido para estimar teores fitodisponíveis de Cu, Mn e Zn em solos alcalinos ou com

pH próximo à neutralidade, ele tem se mostrado eficiente também para micronutrientes presentes em solos ácidos. Entretanto, a eficiência desse extrator é reduzida quando são considerados metais com maior potencial tóxico, como Cd, Cr, Ni e Pb (ABREU, 1995).

Em sua revisão Gomes et al. (1997) citam vários autores que, com base nos métodos de fracionamento, identificaram as formas químicas em que os metais impactantes ocorrem nos solos. Esses métodos fornecem informações a respeito das frações químicas, proporções do metal que é solubilizado por um reagente específico, sendo as formas, espécies de metal que um reagente deve extrair, inferidas das primeiras. Existem algumas imperfeições, pois metais associados à mesma forma química podem não ser totalmente extraídos por um reagente específico (RUDD, 1988).

Mann et al. (1993) utilizaram a extração fracionada para determinação de Cd em amostras de solo, nas frações: solúvel (KCl); trocável (BaCl_2); ligado à matéria orgânica (NaClO a pH 8,5); adsorvido especificamente (oxalato de amônio + ácido oxálico + ácido ascórbico a pH 3); e residual ($\text{HNO}_3/\text{HClO}_4/\text{HCl}$ 6 mol L^{-1}). Os mesmos autores citam que as formas solúvel e trocável são consideradas as mais lábeis e disponíveis para serem lixiviadas e/ou absorvidas pelas plantas, por isso, a concentração total de metais nessas formas seria um indicativo do potencial de acumulação dos mesmos nas plantas, e/ou da contaminação nas águas superficiais através da lixiviação. Segundo Mann, o extrator KCl 0,005 mol L^{-1} deve extrair os metais presentes na solução do solo e o BaCl_2 0,1 mol L^{-1} , os retidos por forças eletrostáticas nas cargas negativas das argilas e da matéria orgânica do solo, por meio de reações de trocas. Os extratores oxalato de amônio e ácido oxálico extraem os metais ligados, principalmente, aos óxidos mal cristalizados de Fe, Mn e Al, por meio de reações de complexação, e o ácido ascórbico, por redução dos óxidos cristalinos de

Fe (SHUMAN, 1995). O tratamento com ácidos concentrados proporciona total oxidação e dissolução da fase sólida do solo (GOMES, 1997).

Como foi mostrado, inúmeros métodos de fracionamento vêm sendo testados há várias décadas sem haver até o momento um procedimento padrão que facilite um confronto de resultados. Por esta razão, numa tentativa de harmonizar a metodologia e permitir uma melhor comparação entre os resultados interlaboratoriais, a antiga Community Bureau of Reference (BCR), atual Standards, Measurements and Testing programme of the European Union (SM& T), desenvolveu um protocolo de extração seqüencial. Este protocolo executa a extração de metais usando ácido acético para extrair os metais associados às frações solúvel, trocável, ligados a carbonatos; cloridrato de hidroxilamina para as frações redutíveis, ligadas aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn; e, peróxido de hidrogênio e acetato de amônio para as frações oxidáveis, ligadas à matéria orgânica e sulfetos. As frações solúvel e trocável merecem atenção especial, pois são consideradas prontamente disponíveis às plantas e para dissipação até os corpos d'água superficiais e/ou subterrâneos.

Sendo assim, a técnica de extração seqüencial de metais é especialmente utilizada para determinar as formas de metais adicionadas ao solo via composto de resíduos sólidos, e tem como uma de suas vantagens, a possibilidade de avaliar, a longo prazo, a mobilidade dos metais introduzidos no solo e a redistribuição dos mesmos com o tempo. Outra vantagem da técnica é que os efeitos das variações nos atributos dos solos podem ser observados, avaliando as mudanças na distribuição dos metais nas diferentes frações.

O método SM&T de extração seqüencial tem sido adequadamente aplicado a amostras de solos e sedimentos (fluviais, lacustres e marinhos) por inúmeros pesquisadores (RAURET, 2000; PETIT, 1999; DAVIDSON, 1999). Pelas razões apresentadas, este

método foi adotado neste trabalho para proceder à extração das diversas formas dos metais nos solos estudados.

3.3 – Dinâmica dos metais no solo

O solo é um compartimento natural constituído por componentes minerais e orgânicos, com suas propriedades físicas, químicas e biológicas. As propriedades do solo, entretanto, não podem ser vistas como uma simples combinação das propriedades de seus componentes, pois a composição dos solos é extremamente diversa e governada por muitos fatores, sendo os mais importantes, as condições climáticas e o material parental ou de origem (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2001). Em função das características do solo, a água se infiltra e atravessa os diversos substratos horizontais, classificados de acordo com seu nível de saturação de água (YOSHINAGA, 1993), em zonas saturadas e não saturadas (vadosas). A água subterrânea propriamente dita encontra-se em zonas saturadas, onde os poros, fraturas ou vazios da matriz sólida estão completamente preenchidos por água. Assim, como fazem parte do mesmo contexto, o que ocorrer com o solo repercutirá nas águas subterrâneas, resultando em alterações em sua qualidade. Desta forma a migração dos poluentes através do solo, para as águas superficiais e subterrâneas, constitui uma ameaça para a qualidade dos recursos hídricos utilizados em abastecimento público, industrial, agrícola, comercial, lazer e serviços.

Segundo Singh et al. (1994), os metais em solos são derivados tanto do intemperismo, que age sobre o material parental, como de suas fontes externas naturais (erupção vulcânica) ou antrópicas (indústrias, agricultura).

Para Andreoli (2001), a formação de complexos metálicos com compostos orgânicos, principalmente ácidos húmicos e fúlvicos, diminui a disponibilidade e toxicidade

de metais impactantes para as plantas e reduz sua mobilidade no solo. A capacidade de retenção de metais do solo é dinâmica e pode ser alterada pelo manejo do mesmo. Os principais fatores responsáveis pelo aumento da capacidade de retenção do solo são o aumento do teor de matéria orgânica com adubação orgânica, adubação verde, cobertura morta e o aumento de pH.

Ainda segundo Andreoli (2001), a quantidade de metal disponível para as plantas em um solo é apenas uma pequena fração do seu total e essa disponibilidade depende, principalmente, do pH, dos teores de matéria orgânica e argila, da presença de óxidos de ferro e manganês e da mineralogia dos solos. Desse modo, excetuando-se as características intrínsecas dos solos, um manejo do solo que promova alterações no pH e no teor de matéria orgânica pode alterar a disponibilidade de metais para as plantas.

Lima (2002) cita que a distribuição de metais no solo e as características do sistema radicular influem na absorção de metais. A quantidade de metal absorvida depende da biodisponibilidade do metal, área de concentração no solo, profundidade, distribuição do sistema radicular etc.

Com relação à entrada dos metais impactantes na cadeia alimentar, Cardoso e Chasin (2001), citados por Passos (2004), afirmam que as plantas podem funcionar tanto como um mecanismo de transferência de contaminantes do solo para níveis mais altos da cadeia trófica, quanto como uma importante barreira nessa transferência, restringindo a absorção da maioria dos elementos do solo.

Nas condições de acidez da maioria dos solos brasileiros, os resultados são pouco conclusivos na previsão da fitodisponibilidade (ANDRADE, 2000; OLIVEIRA, F. C., 2000; ANJOS, 2001). As baixas correlações se devem ao fato de que os extratores usados

não simulam as reações que ocorrem na rizosfera (BERTON, 2000). Marschner (1995) cita que ácidos orgânicos de baixa massa molar presentes na rizosfera são efetivos na solubilização de metais ligados à fração sólida do solo.

A ocorrência natural de metais impactantes em solos depende, principalmente, do material de origem sobre o qual o solo se formou, dos processos de formação da composição e proporção dos componentes de sua fase sólida. A relação dos solos com o material de origem é bastante evidenciada quando o primeiro é formado “in situ” sobre a rocha, tornando-se menos expressiva nos solos originados sobre materiais previamente intemperizados. Solos com origem em rocha básicas, naturalmente mais ricas em metais, apresentam maiores teores desses elementos, quando comparados com aqueles formados sobre granitos, gnaisses, arenitos e siltitos (FADIGAS, 2002). Além disso, esses solos também apresentam maior potencial de disponibilidade de metais para as plantas, em comparação com os desenvolvidos a partir de gnaiss, arenito e sedimentos do terciário (OLIVEIRA, T. S., 1996).

Os valores médios de concentração de metais no âmbito mundial são bastante heterogêneos. Essas variações decorrem principalmente da diversidade de solos e dos diferentes métodos de extração e análise utilizados. Entre os metais, Cd, Pb, Ni e Cr têm sido normalmente associados à poluição e ao risco ecológico (ROSS, 1994).

Rousseaux et al. (1989) fizeram uma estimativa das quantidades de metais impactantes dispersos no lixo brasileiro, assim como a contribuição de cada componente do lixo para o teor final de metais no composto. Os plásticos apareceram como principal fonte de Cd (67 a 77% do total). O Pb e o Cu se manifestam em quantidades importantes nos

metais ferrosos (29 a 50% de Pb e 14 a 50% de Cu). O couro contribui com 35% do Cr e a borracha com 32 a 37% do Zn. O papel aparece como fonte de Pb (10 a 14%).

A toxicidade dos metais impactantes depende de muitos fatores, entre eles, a quantidade e a forma com que estes se apresentam no solo. Quando os metais entram no solo, podem permanecer na solução do mesmo como cátions livres (disponíveis para serem absorvidos pelas raízes das plantas e/ou lixiviados), podem estar complexados com ligantes orgânicos, adsorvidos nos sítios trocáveis da argila ou podem ser especificamente adsorvidos por óxidos e hidróxidos de Fe, Al e Mn. Assim, como já foi mencionado, é importante entender a distribuição das diferentes formas químicas em que os metais ocorrem no solo, pois cada forma terá um potencial diferente para liberar estes metais em solução (MANN, 1993).

A seguir, será apresentada uma breve descrição das características dos metais investigados neste trabalho.

CÁDMIO (Cd)

É um elemento relativamente raro, não sendo encontrado na natureza no estado puro. Ele está associado, principalmente, a sulfeto em minérios de zinco, chumbo e cobre. Sua primeira purificação ocorreu em 1817, porém sua produção comercial somente se tornou importante no início do século 20 (*WORLD HEALTH ORGANIZATION*, 1992).

Segundo Cardoso e Chasin (2001), o cádmio e seus compostos são considerados muito perigosos ao meio ambiente e à saúde do homem. Além da sua ecotoxicidade, são compostos que se acumulam na cadeia alimentar atingindo o homem em concentrações tais que, aliadas à cinética do metal, caracteristicamente lenta em termos de excreção, tornam-se altas devido ao caráter cumulativo que apresentam. São, portanto, capazes de causar

danos irreversíveis à saúde humana. A adsorção de cádmio por partículas do solo é maior em meio neutro e alcalino do que em meio ácido, o que eleva a sua concentração no solo e, conseqüentemente, diminui a sua disponibilidade para a planta, ou seja, a absorção de cádmio pela planta decresce com o aumento do pH (CARDOSO, 2001). Outros fatores como, por exemplo, a capacidade de troca iônica (CTC) e a presença de hidróxidos de manganês e ferro, matéria orgânica e carbonato de cálcio diminuem a disponibilidade do cádmio para a planta.

CHUMBO (Pb)

O chumbo é relativamente abundante na crosta terrestre, tendo uma concentração média entre 10 e 20 mg kg⁻¹ (WORLD HEALTH ORGANIZATION, 1995). De acordo com Paoliello e Chasin (2001), os níveis naturais de chumbo em solos rurais apresentam-se normalmente com concentrações menores que 30 mg kg⁻¹; entretanto, nos arredores das grandes cidades, áreas próximas a fundições ou a rodovias com alto tráfego, as concentrações do metal no solo podem exceder a 10.000 mg kg⁻¹.

Nas plantas superiores, o chumbo está associado à parede celular. Parte do metal que passa para a célula da raiz da planta pode combinar-se com compostos da parede celular e, em seguida, ser removido do citoplasma para a parede da célula. Existem evidências de que há pouca translocação do chumbo remanescente nas células da raiz para outras partes da planta, pois os níveis desse metal encontrados no broto e no tecido foliar são geralmente menores do que naquela parte da planta. A captação foliar do chumbo ocorre, mas numa extensão pequena (WORLD HEALTH ORGANIZATION, 1995).

A adsorção do chumbo é um processo potencialmente importante para a redução da disponibilidade do metal. Devido ao processo de adsorção ser essencialmente irreversível, a presença de uma fonte adsorvente no solo também pode acarretar reduções na

disponibilidade do chumbo. Os óxidos de manganês têm sido reconhecidos como fontes adsorventes para o chumbo (PAOLIELLO, 2001).

COBRE (Cu)

O cobre é um elemento essencial para toda a biota. Foi identificado em plantas e animais no século 19 e proclamado como catalisador biológico no século 20. Estudos nutricionais subsequentes demonstraram que o cobre e outros metais são necessários para o crescimento ótimo das plantas e animais (*WORLD HEALTH ORGANIZATION*, 1998). O cobre é requerido em pequenas quantidades para o crescimento normal da planta, 5 a 20 mg kg⁻¹. Menos que 4 mg kg⁻¹ é um percentual considerado deficiente e mais de 20 mg kg⁻¹, tóxico. Dependendo da espécie de planta, do órgão da planta, do estágio de seu desenvolvimento e do suprimento de nitrogênio, essas faixas podem ser maiores.

Segundo Pedroso e Lima (2001), quando a quantidade de matéria orgânica é baixa, a concentração de minerais ou de ferro, manganês e óxidos de alumínio torna-se importante na adsorção do cobre. Como o cobre se liga mais fortemente ao solo que outros cátions bivalentes, sua distribuição é menos influenciada pelo pH do que a de outros metais. Em geral, o cobre se complexa fortemente com substâncias orgânicas. Devido à variedade de condições que influenciam a sua disponibilidade, o cobre total no solo não indica acuradamente a deficiência ou excesso desse metal na vegetação (*WORLD HEALTH ORGANIZATION*, 1998). Mobilização apreciável do cobre ocorre somente com a lixiviação em pH próximo a 3. Assim, parece improvável que as chuvas ácidas possam mobilizar o cobre em solos ricos em matéria orgânica, a menos que o seu pH seja inferior a 3 (HSDB – *Hazardous Substance Data Bank*, 2000, citado por PEDROSO, 2001).

CRÔMIO (Cr)

O crômio ocorre nos estados de oxidação -2 a +6, porém o Cr^0 , Cr^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} são mais comumente encontrados. A forma bivalente é facilmente oxidada à forma trivalente pelo ar. Este elemento é emitido no ar não somente por processos industriais, mas também por processos de combustão, incluindo as queimadas de florestas. Enquanto suspenso no ar, a forma hexavalente é, provavelmente, estável; ao depositar-se no solo, pode entrar em contato com a matéria orgânica e reduzir-se a crômio trivalente (*WORLD HEALTH ORGANIZATION*, 1988).

Segundo a ATSDR – *Agency for toxic Substances and Disease Registry* (2000), citado por Silva e Pedrozo (2001), o crômio no solo encontra-se presente, principalmente, na forma de óxido insolúvel, $\text{Cr}_2\text{O}_{3n}\cdot\text{H}_2\text{O}$, de baixa mobilidade no solo. O padrão de migração vertical do crômio no solo indica que, após um período inicial de mobilidade, esse metal forma complexos dificilmente lixiviados. O mesmo ocorre horizontalmente, o crômio é pouco lixiviado por formar complexos com a matéria orgânica. Existe no solo uma pequena porcentagem de crômio total nas formas solúveis de crômio (VI) e crômio (III), que apresentam maior mobilidade. A mobilidade dessas formas depende das características de adsorção do solo, como teor de argila e, em menor extensão, teor de Fe_2O_3 e de matéria orgânica.

MANGANÊS (Mn)

É o metal de transição mais abundante após o ferro e o titânio, e os compostos mais comuns são formados nos estados de oxidação +2, +4 e +7. O manganês ocorre em quase todos os tipos de solo nas formas bivalente e tetravalente em concentrações que variam entre 40 a 900 mg kg^{-1} (MARTINS, 2001).

A toxicidade do manganês para as plantas pode expressar-se em solos contendo níveis de metal acima de 1.000 mg kg^{-1} (peso seco), o que ocorre em solos muito ácidos. O pH pode ser elevado com a adição de cal e fertilizantes. As plantas absorvem o manganês no estado bivalente, presente em maior concentração em solo com pH reduzido e aerado. Solos com tais características e não fertilizados com compostos básicos como cal, aumentam a solubilidade do metal e sua disponibilidade para as plantas. Áreas com baixa concentração de manganês no solo (abaixo de 500 mg kg^{-1}) estão associadas a baixos níveis de manganês nas plantas (30 a 70 mg kg^{-1} , peso seco) (MARTINS, 2001).

NÍQUEL (Ni)

Segundo Merian (1991), o níquel é o 24^o elemento em ordem de abundância na crosta terrestre. A bioacumulação de compostos de níquel, para muitas plantas e animais, requer condições ambientais favoráveis (por exemplo, chuva ácida) que promovam a formação de Ni^{2+} e a formação de complexos com ligantes orgânicos (ácidos húmicos).

Muitos compostos de níquel são relativamente solúveis com valores de pH abaixo de 6,5. O níquel existe, predominantemente, na forma de hidróxidos, que é insolúvel, para valores de pH acima de 6,7 (MERIAN, 1991).

De acordo com Halstead e outros (1969) e NAS – *National Academy of Sciences* (1975), citado por Merian (1991), a concentração de níquel em plantas pode variar entre $0,05$ a $5,0 \text{ mg kg}^{-1}$ (peso seco). Valores acima de 70 mg kg^{-1} são tóxicos para a maioria das plantas.

ZINCO (Zn)

Segundo Merian (1991), o zinco ocorre em quase todos os minerais da crosta terrestre, com uma concentração média de aproximadamente 70 mg kg^{-1} . A sua toxicidade e da maioria dos seus compostos é geralmente baixa. Salvo algumas exceções, a toxicidade do zinco tem significância menor se comparada, por exemplo, à sua deficiência em plantas, animais e no homem. A concentração de zinco em solos, considerados não contaminados, varia de 10 a 300 mg kg^{-1} .

A concentração do zinco nas plantas é influenciada pela idade. Usualmente, encontra-se maior quantidade desse elemento em plantas jovens. Durante o período de vida de uma planta, a concentração decresce. Deficiência de zinco ocorre em níveis abaixo de 20 mg kg^{-1} nas folhas e valores acima de 400 mg kg^{-1} são considerados tóxicos (MERIAN, 1991).

3.4 – Legislação

Diferentemente do que ocorre com relação à questão da poluição do ar e das águas superficiais, para a poluição do solo não existe uma abordagem internacional padronizada, em função de sua natureza complexa e variável, e sendo o solo um bem econômico de propriedade privada. No Estado de São Paulo, estão estabelecidos procedimentos, critérios e padrões para a proteção da qualidade do ar, das águas superficiais, assim como critérios e normas para controle da poluição por resíduos sólidos. O mesmo não ocorria para o solo e águas subterrâneas até 2001, quando a CETESB (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2001), cumprindo sua atribuição de prevenir e controlar a poluição no Estado de São Paulo, publicou um relatório com uma lista de valores orientadores para proteção da qualidade de solos e das águas subterrâneas. A adoção de

valores orientadores, denominados valores de referência de qualidade, valores de alerta e valores de intervenção faz-se necessária para subsidiar decisões, não só visando a proteção da qualidade dos solos e das águas subterrâneas, mas também o controle da poluição nas áreas já contaminadas e/ou suspeitas de contaminação. O emprego de tabelas com valores orientadores das quantidades de metais e componentes orgânicos presentes nos solos tem sido prática usual nos países com tradição na questão do monitoramento da qualidade de solos e águas subterrâneas e no controle de áreas contaminadas (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2001).

A avaliação de risco da presença de metais é utilizada para o estabelecimento de valores orientadores para solos e águas subterrâneas em diversos países. Atualmente, todos os países que consideram seriamente a proteção do solo estão tentando encontrar um meio termo entre o uso de critérios numéricos (valores orientadores) e a avaliação do risco caso a caso. Internacionalmente, apesar de não existir uniformidade quanto à nomenclatura utilizada, os valores orientadores representam a base da política de proteção de solos e águas subterrâneas. A função destes valores numéricos é prover uma orientação quantitativa no processo da avaliação de áreas contaminadas e a tomada de decisão sobre as ações emergenciais, com o objetivo de proteger a saúde humana (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2001).

No Estado de São Paulo, a Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental (CETESB), responsável pela prevenção e controle da poluição de solos e águas subterrâneas, estabeleceu valores orientadores com os seguintes objetivos:

- conhecer as concentrações naturais dos elementos legislados;
- subsidiar uma política de prevenção que defina ações para redução da quantidade de poluentes aplicados em futuras destinações finais do solo; e

- subsidiar uma política de gerenciamento de áreas contaminadas, com o objetivo de controlar os riscos à saúde humana e ambiental.

Para o estabelecimento de valores orientadores de referência da qualidade e valores intervenção para solos e águas subterrâneas, a CETESB utiliza como base a metodologia holandesa (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2001), uma vez que considera critérios científicos, usando modelagem matemática de avaliação de risco à saúde humana. Para os valores de intervenção, consideraram-se somente os dados de toxicologia humana e não os de ecotoxicologia.

Os valores orientadores para solos e águas subterrâneas no Estado de São Paulo foram atualizados pela Decisão de Diretoria nº 195-2005 de 23 de novembro de 2005 (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL, 2005). Nesta decisão, são definidos três níveis de valores orientadores:

- Valor de Referência de Qualidade (VRQ) é a concentração de determinada substância no solo ou na água subterrânea, que define um solo como limpo ou a qualidade natural da água subterrânea; é determinado com base em interpretações estatísticas de análises físicas e químicas de amostras de diversos tipos de solos e de amostras de águas subterrâneas de diversos aquíferos do Estado de São Paulo. Deve ser utilizado com referência nas ações de prevenção da poluição do solo e das águas subterrâneas e de controle de áreas contaminadas. Para os compostos orgânicos, esses valores são definidos como os limites de detecção do método analítico.

- Valor de prevenção (VP) é a concentração de determinada substância, acima da qual podem ocorrer alterações prejudiciais à qualidade do solo e das águas subterrâneas. Este valor indica a qualidade de um solo capaz de sustentar as suas funções primárias,

protegendo-se os receptores ecológicos e a qualidade das águas subterrâneas. Foi determinado para o solo com base em ensaios com receptores ecológicos. Deve ser utilizado para disciplinar a introdução de substâncias no solo e, quando ultrapassado, a continuidade da atividade será submetida a nova avaliação, devendo os responsáveis legais pela introdução das cargas poluentes proceder o monitoramento dos impactos decorrentes.

- Valor de Intervenção (VI) é a concentração de determinada substância no solo ou na águas subterrânea acima da qual existem riscos potenciais, diretos ou indiretos, à saúde humana, considerando um cenário de exposição genérico. Para o solo, foi calculado utilizando-se procedimento de avaliação de risco à saúde humana para cenários de exposição Agrícola-Área de Proteção Máxima – APM_{ax}, Residencial e Industrial. Para a água subterrânea, consideraram-se como valores de intervenção as concentrações que causam risco à saúde humana listadas na portaria 518, de 25 de março de 2004, do Ministério da Saúde (BRASIL, 2004), complementada com os padrões de potabilidade do Guia da Organização Mundial de Saúde (OMS) (*WORLD HEALTH ORGANIZATION*, 2004). Em caso de alteração dos padrões da portaria 518 do MS, os valores de intervenção para águas subterrâneas serão conseqüentemente alterados. A área será classificada com Área Contaminada sob Investigação quando houver constatação da presença de contaminantes no solo ou na água subterrânea em concentrações acima dos Valores de Intervenção, indicando a necessidade de ações para resguardar os receptores de risco.

A Tabela I apresenta os atuais valores orientadores para os metais que foram estudados no presente trabalho, para solos do Estado de São Paulo.

Tabela I: Valores orientadores (concentrações em mg kg^{-1}) para os metais estudados neste trabalho nos solos no Estado de São Paulo.

Metal	Referência de Qualidade (VRQ)	Valor de Prevenção (VP)	Valor de Intervenção (VI)
Cd	< 0,5	1,3	3
Co	13	25	35
Cr	40	75	150
Cu	35	60	200
Ni	13	30	70
Pb	17	72	180
Zn	60	300	450

Fonte: Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental (CETESB), 2005

No Brasil, o composto orgânico está classificado na legislação como fertilizante orgânico ou mais especificamente como fertilizante composto. O Decreto-Lei nº 86.995, de 18/02/82, a Portaria MA 84, de 29/03/82 e a Portaria nº 1, da Secretaria de Fiscalização Agropecuária do Ministério da Agricultura, de 04/03/83, estabelecem parâmetros de controle para fertilizantes e corretivos. Os parâmetros estabelecidos são pH (mínimo de 6,0), umidade (máximo de 40%), matéria orgânica (mínimo de 40%), nitrogênio total (mínimo de 1%) e relação carbono/nitrogênio (C/N) (máximo de 18/1) (D' ALMEIDA, 2000).

3.5 – Métodos instrumentais de análise: ICP OES

A espectrometria de emissão óptica usando a fonte de plasma com acoplamento indutivo (ICP OES) tem sido muito utilizada para determinar as concentrações de metais ambientalmente impactantes, ligados às diferentes frações dos solos e sedimentos.

Essa técnica é utilizada para determinação quantitativa de metais, em níveis de concentrações maiores (porcentagem) e menores (ppm), em uma ampla variedade de amostras nas indústrias metalúrgica, mineradora, agrícola, de alimentos, fertilizantes, do petróleo e inúmeros centros de pesquisas (WING, 1985).

O plasma pode ser definido como um gás parcialmente ionizado onde co-existem elétrons livres e íons positivos em movimento, em um processo onde ocorre transferência de energia por radiação, condução e aquecimento Joule, entre outros. A fonte de plasma, formada em argônio, apresenta uma ampla variedade de espécies distribuídas em diferentes regiões. O plasma depois de formado é continuamente alimentado pelo gás argônio e sustentado pelo campo magnético induzido por uma fonte de radiofrequência. No plasma ocorre recombinação radioativa, processo no qual elétrons livres passam para elétrons de valência e ocorre emissão de radiação contínua (GENNARI, 1996).

O princípio fundamental da espectrometria de emissão atômica consiste na excitação dos elementos a serem analisados pelo plasma indutivo de argônio. No plasma, as amostras transportadas em forma de aerossol sofrem uma seqüência de processos físico-químicos: dessolvatação, vaporização, dissociação, atomização e excitação. Em seguida, a radiação emitida é filtrada e separada por região do espectro, difratada pelas redes de difração (WING, 1985).

Mais detalhadamente ao que acaba de ser descrito, o processamento da amostra líquida introduzida no plasma inclui várias etapas críticas, em termos de necessidade energética. A amostra líquida é transformada em aerossol em um nebulizador. Na câmara de nebulização separam-se as gotículas maiores, as quais são drenadas, e uma pequena fração (<5%) do aerossol é conduzida para o plasma. No transporte pela tocha do ICP,

ocorre o processo de dessolvatação e a amostra, na forma de partículas sólidas, é arrastada pelo argônio para o plasma. No plasma, a energia recebida permite a dissociação das moléculas. Nas etapas seguintes ocorrem os processos de atomização e excitação dos átomos, com a conseqüente emissão do espectro iônico. Na seqüência, têm-se a ionização simples e a excitação dos íons, com a formação do espectro do íon. Cada região do espectro está associada a uma transição eletrônica e as intensidades luminosas medidas são proporcionais à concentração do elemento (ROSIAS, 1998).

A técnica é interessante em função da capacidade de análises multielementares em diversos tipos de amostras, o que garante a sua utilização em laboratórios de química analítica de rotina para as mais diversas aplicações (GENNARI, 1996).

Neste trabalho, a determinação dos metais impactantes (Cd, Cr, Cu, Mn, Pb, Ni e Zn) nas formas solúvel; redutível; oxidável e residual, foi feita com a colaboração da Dra. Ana Rita A. Nogueira (Embrapa – São Carlos) utilizando espectrômetro de emissão óptica Varian, Vista RL (ICP OES), CCD Simultaneous.

3.6 - Tratamento estatístico

A experimentação agrícola tem por objetivo o planejamento, execução, análise dos dados obtidos e interpretação dos resultados. Neste contexto, a utilização de testes estatísticos que auxiliam na interpretação dos resultados é bastante pertinente.

O teste F para análise de variância foi proposto por Snedecor (BANZATTO & KRONKA, 1992) e tem por finalidade comparar estimativas de variâncias. A estatística F, denominada de razão de variâncias, pode ser definida como sendo o quociente de duas estimativas de variância, s_1^2 e s_2^2 , supostas independentes e calculadas com n_1 e n_2 graus de

liberdade, respectivamente. Os valores críticos de F são tabelados em função dos números de graus de liberdade, n_1 e n_2 , e das estimativas de variâncias, a diferentes níveis de probabilidade. Por exemplo, se o valor calculado é menor que o F tabelado ao nível de 5% de probabilidade, admitimos que a diferença foi **casual**, dizemos que o teste foi **não significativo** ao nível de 5% de probabilidade ($P > 0,05$). Se o F calculado for maior, diríamos que o teste foi significativo ao nível de 5% de probabilidade ($P < 0,05$).

O teste de Tukey pode ser utilizado para testar todo e qualquer contraste entre duas médias. É um teste muito versátil. O teste tem por base a diferença mínima significativa (d.m.s.), representada por Δ e calculada por:

$$\Delta = q(s/r^{1/2}) = q \cdot s_{(m)} \quad (\text{equação 1})$$

onde: q é a amplitude total, cujo valor é tabelado, em função do número de tratamentos (I) e do número de graus de liberdade do resíduo (n), geralmente ao nível de 5% de probabilidade; s é o desvio padrão residual = $(Q.M.Res.)^{1/2}$; e r é o número de repetições das médias confrontadas no contraste (BANZATTO, 1992).

Para que o teste de Tukey seja exato, exige que todas as médias possuam o mesmo número de repetições. Calculado o valor da diferença mínima significativa Δ , calculamos todas as estimativas dos contrastes entre 2 médias ($Y = m_i - m_k$) e comparamos com Δ . Se $Y \geq \Delta$, o contraste é significativo ao nível de probabilidade testado, indicando que as duas médias testadas no contraste diferem entre si a esse nível de probabilidade (BANZATTO, 1992).

O Teste de Tukey foi utilizado com 5% de probabilidade para investigar as diferenças entre os tratamentos utilizados neste estudo. Como já foi salientado, esse teste avalia todo e qualquer contraste entre duas médias, tendo como base a diferença mínima significativa. Os resultados do teste de Tukey foram apresentados atribuindo letras iguais a médias semelhantes e letras distintas a médias que diferem entre si.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – Origem do composto de resíduos sólidos urbanos utilizado neste trabalho

A princípio propôs-se a utilização do composto proveniente da Usina de Compostagem de Araraquara (SP), mas esta usina está inoperante desde abril de 2003, desta forma, neste trabalho foi utilizado o composto produzido na Usina de Compostagem de Araras (SP), com a qual o grupo de pesquisa da Professora Mary Rosa de Marchi mantém contato há algum tempo, e que também é considerada pela CETESB como uma das usinas de melhor desempenho do Estado de São Paulo (NOVAES, 2004).

Existem muitos sistemas de usinas de compostagem de resíduos sólidos, porém os mais usados no Brasil são o Dano e o Sanecom (OLIVEIRA, S. C., 2001). O sistema Dano é dinâmico, contendo etapas como: fosso de recepção, triagem manual, separação eletromagnética, bioestabilização, peneiramento e cura (opcional) do material. O lixo é decomposto aerobicamente a partir da ação biológica dos microorganismos e fatores como umidade, aeração e temperatura, são controladas para que sejam mantidas as condições necessárias à degradação dos resíduos.

O sistema Sanecom (Figura 01), desenvolvido no Brasil, é mais simples quando comparado ao sistema Dano (Figura 02). Apresenta como destaque a catação manual, feita quase sempre em uma esteira longa com cerca de 20 m, onde várias pessoas ficam dispostas

nas laterais. O material depois de triturado, é disposto em leiras para a maturação, cujo tempo varia de usina para usina. Geralmente, faz-se um peneiramento ao término do processo para obtenção de um composto com granulometria menor.



Figura 01a: pátio de recepção



Figura 01b: esteira de triagem



Figura 01c: peneira (4 cm de diâmetro)



Figura 01d: material em leiras a ser compostado



Figura 01e: peneira (2 cm de diâmetro)



Figura 01f: composto após 120 dias do início da compostagem

Figura 01: Esquema do sistema Sanecom de compostagem, Araras, SP.

A usina de compostagem da cidade de Araras, de onde proveio o composto utilizado neste estudo, adota o sistema Sanecom sem moagem, substituindo o trituração por peneiras com malha de 5,0 cm. Após este processo, o material decomponível é disposto em leiras de até 1,5 m de altura x 2,5 m de largura x 15 m de comprimento, permanecendo por 150 dias, com revolvimentos periódicos de 15 em 15 dias nos 2 primeiros meses e de 30 em 30 dias nos 3 últimos meses. Durante este processo é feita a manutenção da umidade. Após o término do processo de compostagem, o material é peneirado em malha de 2,0 cm.

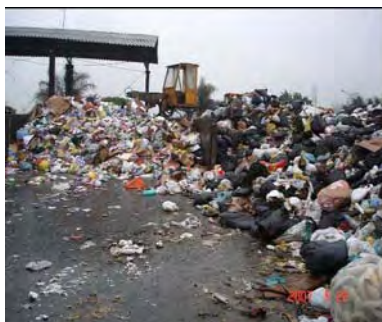


Figura 02a: pátio de recepção



Figura 02b: esteira de triagem



Figura 02c: biodigestor Dano



Figura 02d: peneira com malha de 4 cm



Figura 02e: material em leiras a ser compostado



Figura 02f: composto de resíduos sólidos urbanos

Figura 02: Esquema do sistema Dano de compostagem, Vila Leopoldina-SP.

4.2 – Origem do solo de estudo

O solo utilizado neste estudo foi coletado na cidade de Araraquara e é um latossolo vermelho representativo do estado de São Paulo, considerado de baixo teor em matéria orgânica (MO). A região da qual o solo foi amostrado é uma área erosiva, de barranco, e não cultivada. A amostragem do solo foi feita a partir de 60 cm da superfície, tomando-se o cuidado de se amostrar o mais uniformemente possível toda a área. Amostras deste solo foram periodicamente encaminhadas para análise física ou granulométrica, a fim de investigar as alterações ocorridas na textura do solo durante o experimento, no Laboratório de Solos da Embrapa Pecuária Sudeste /São Carlos, SP; e para análise de parâmetros de fertilidade (teores de P, K, Ca, Mg, matéria orgânica, pH, Capacidade de troca catiônica (CTC), etc.) no Laboratório de Solos do Instituto de Química de Araraquara /UNESP

(LS/IQ). O LS/IQ segue as instruções de análise de solos do Sistema do Instituto Agronômico de Campinas (IAC).

4.3 – Montagem do experimento

Inicialmente o solo e o composto coletados foram peneirados em malha de 5,0 mm, em seguida o solo foi separado em 6 tratamentos com 25 litros de solo cada. Os tratamentos constam da adição de composto de resíduos sólidos urbanos nas doses de 0, 30, 60, 90 e 120 Mg ha⁻¹ e na adição de calcário o suficiente para se atingir 70% de saturação por bases do solo. Os tratamentos foram misturados e homogeneizados nas suas respectivas doses, e então acondicionados em sacos pretos de PEBD (polietileno de baixa densidade) para maior retenção da umidade, mantidos fechados por 25 dias (período correspondente à incubação do composto e do calcário ao solo).

Após o término do período de incubação do composto ao solo (25 dias), amostras dos 6 tratamentos foram submetidas à nova análise granulométrica no Laboratório de Solos da Embrapa Pecuária Sudeste /São Carlos e, nova análise química no Laboratório de solos do Instituto de Química de Araraquara /UNESP, segundo metodologia proposta pelo IAC e, também, à análise de carbono (C) e nitrogênio (N) total do composto e dos solos, a fim de se conhecer a relação C/N. Devido à manutenção que está sendo realizada em equipamento Analisador do tipo Elementar CNHS (CA Instrument, modelo EA 110) do laboratório de Apoio Técnico do Instituto de Química – UNESP/ Araraquara, estas análises foram feitas no Departamento de Solos e Adubos da Faculdade de Ciências agrárias e Veterinárias – UNESP/ Jaboticabal, sob a supervisão da Profa. Dra. Mara Cristina Pessoa da Cruz.

Após os 25 dias da incorporação do composto, os solos foram separados e o experimento foi conduzido em dois sistemas na Faculdade de Ciências Farmacêuticas

(FCF) da UNESP, campus de Araraquara: 1) instalado em Casa de Vegetação no Horto de Plantas Medicinais e Tóxicas e, 2) no interior de estufa incubadora sob temperatura constante regulada a 30⁰C no Laboratório de Botânica.

No primeiro sistema, os solos foram colocados em vasos de 5 litros de capacidade, considerando-se os 6 tratamentos já mencionados e 4 repetições totalizando 24 vasos. Os vasos dispostos em casa de vegetação estão sujeitos às variações diárias de temperatura do período, as quais foram acompanhadas através de um termômetro de máximas e mínimas.

Após a preparação dos vasos, procedeu-se o molhamento da mistura até 70% da capacidade de campo do solo. Foram feitas visitas diárias à casa de vegetação para a verificação do estado de umidade do solo que é mantida através de irrigação por gotejamento, utilizando-se frascos de alimentação parenteral de 500 mL. A foto do experimento conduzido na casa de vegetação está apresentada na Figura 03.



Figura 03: Foto ilustrativa do experimento na casa de vegetação.

No segundo sistema, o esquema fatorial adotado foi o mesmo, e foram consideradas como parcelas do experimento quantidades de solo avolumadas em 500 mL, as quais foram colocadas em recipientes plásticos (totalizando 24 recipientes), e acondicionadas em incubadora sob temperatura constante de 30°C, sendo a umidade controlada por pesagens diárias dos recipientes e posterior adição de água para que se mantivesse a umidade inicial. A foto do experimento conduzido no interior da estufa incubadora está apresentada na Figura 04.



Figura 04: Foto ilustrativa do experimento na incubadora.

4.4 – Amostragem para análise dos solos

Após o período de incorporação do composto, foi feita uma primeira amostragem relativa ao tempo inicial (25 dias). As amostras foram secas ao ar e submetidas à extração seqüencial. As próximas 4 amostragens foram feitas em intervalos de 60 dias a partir da

data de incorporação (25 dias) dos aditivos em suas respectivas dosagens, ou seja, após 85, 145, 205 e 265 dias da incorporação do composto ao solo.

Para a execução da extração seqüencial tomou-se uma amostra de aproximadamente 200 g de cada tratamento da casa de vegetação, que após secagem ao ar, foram submetidas a quarteamentos sucessivos até reduzir as amostras à cerca de 20 g cada. Dos tratamentos mantidos em incubadora BOD, tomou-se uma amostra de aproximadamente 100 g que foram quarteados sucessivamente até cerca de 10 g. Os solos foram então submetidos a peneiramento em peneira de aço-inox com 2 mm de malha para maior homogeneização. Deste material foram retiradas 4 sub-amostras de cada tratamento com aproximadamente 2 g cada para realizar a extração seqüencial dos metais com 4 repetições necessárias para o tratamento estatístico dos dados obtidos.

4.5 – Reagentes utilizados na extração seqüencial

Os reagentes utilizados nesse trabalho, não foram submetidos a qualquer tratamento de purificação e as características dos produtos empregados estão agrupadas na tabela II.

Tabela II: Características dos reagentes empregados na extração.

Produto	Fórmula	M.M. (g mol⁻¹)	Marca
Ácido acético	CH ₃ COOH	60,05	Mallinckrodt
Ácido clorídrico	HCl	36,46	Merck
Ácido perclórico	HClO ₄	100,46	Merck
Ácido nítrico	HNO ₃	63,02	J.T. Baker
Acetato de amônio	CH ₃ COONH ₄	77,08	J.T. Baker
Cloridrato de hidroxilamina	NH ₂ OH.HCl	69,49	J.T. Baker
Peróxido de hidrogênio	H ₂ O ₂	34,01	Merck

4.6 – Método utilizado para extração seqüencial dos metais no solo

Seguindo-se o método de extração seqüencial preconizado pela antiga *Community Bureau of Reference* (BCR), atual *Standards, Measurements and Testing programme of the European Union* (SM& T), foram determinados os metais associados às frações solúvel, trocável (ligados a carbonatos); às frações redutíveis (ligadas aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn); às frações oxidáveis (ligadas à matéria orgânica e sulfetos); a fração residual e os metais totais.

Os solos foram triturados em almofariz e então peneirados (peneira de aço-inox com 2 mm de malha) para maior homogeneização. Deste material foram retiradas 3 sub-amostras (primeira amostragem, após 25 dias) e 4 sub-amostras (para as demais amostragens) de cada tratamento com aproximadamente 2g cada para a extração seqüencial dos metais, conforme descrito a seguir:

Fração I (solúvel, trocável, ligados a carbonatos): 20 mL de ácido acético 0,11 mol L⁻¹ (Mallinckrodt) foi adicionado a 2g de solo em um tubo de centrífuga de 50 mL. A mistura foi agitada (160 rpm) em mesa agitadora a temperatura ambiente (25⁰C) por 16 horas. O extrato foi então separado do resíduo sólido por centrifugação (3200 rpm) durante 15 minutos. O sobrenadante foi retirado e estocado em frasco de polietileno mantido a 4⁰C para posterior análise por ICP OES. O resíduo da fração I foi lavado com 20 mL de água desionizada por agitação (160 rpm) durante 15 minutos, e então foi centrifugado (3200 rpm) por 15 minutos. O sobrenadante foi descartado e o resíduo lavado foi empregado para extração da fração redutível.

Fração II (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn): 20 mL de cloridrato de hidroxilamina (NH₂OH.HCl) 0,1 mol L⁻¹ (J.T. Baker) (acidificado com HNO₃, J.T. Baker, a pH 2) foi adicionado ao resíduo da fração I no tubo de centrífuga. A mistura foi agitada

(160 rpm) em mesa agitadora a temperatura ambiente (25°C) por 16 horas. A retirada do extrato e a lavagem do resíduo foram feitas da mesma maneira descrita para a fração I.

Fração III (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos): 5 ml de H_2O_2 $8,8 \text{ mol L}^{-1}$ (Merck) (pH 2-3) foram adicionados ao resíduo da fração II lentamente (para evitar perdas devidas à reação violenta). A mistura permaneceu por 1 hora a temperatura ambiente (25°C) com eventual agitação manual (aproximadamente a cada 15 minutos). O processo continuou por aquecimento do tubo a 85°C em banho maria por aproximadamente 1 hora até que o conteúdo líquido do tubo evaporasse e reduzisse o volume inicial a um volume de 1-2 mL. Uma segunda alíquota de 5 mL de H_2O_2 (Merck) foi adicionada e o procedimento foi repetido. Posteriormente, ao resíduo resfriado e úmido foi adicionado 25 ml de acetato de amônio (NH_4OAc) $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ (J.T. Baker) (pH ajustado a 2 com HNO_3 (J.T. Baker)). A mistura foi agitada (160 rpm) em mesa agitadora a temperatura ambiente (25°C) por 16 horas. A retirada do extrato e a lavagem do resíduo foram feitas da mesma maneira descrita para a fração I.

Fração residual: O resíduo da fração III foi digerido com uma mistura de 5 mL de HNO_3 (J.T. Baker) + 0,5 mL de HClO_4 (Merck), ambos concentrados, em bloco de digestão com aquecimento infra-vermelho. A mistura solo + ácidos foi levada a aquecimento (temperatura do bloco digestor: $180\text{-}190^{\circ}\text{C}$) até quase secura. À mistura resfriada, adicionou-se 5,00 mL de HCl 6 mol L^{-1} (Merck) e 5,00 mL de H_2O desionizada aquecendo-se ($60\text{-}70^{\circ}\text{C}$) por cerca de 10 min. O extrato foi separado do resíduo como descrito para a fração I.

5. DESTINAÇÃO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS GERADOS DURANTE ESTE ESTUDO

No presente trabalho foram gerados principalmente resíduos contendo metais ambientalmente impactantes, provenientes das diversas frações extraídas. Seguindo-se os procedimentos preconizados nas Normas para Gerenciamento de Resíduos Químicos do IQ/UNESP, os resíduos serão neutralizados com hidróxido de sódio comercial e enviados para armazenamento no Depósito de Resíduos deste Instituto, de onde serão encaminhados posteriormente para aterramento em aterro especialmente construído para resíduos industriais.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 - Atributos do solo antes da adição dos aditivos e relação C/N do composto utilizado neste estudo

A Tabela III apresenta os resultados da análise física ou granulométrica executada utilizando o método da pipeta do I.A.C. (Instituto Agrônomo de Campinas) (RAIJ, 2001) pelo Laboratório de Solos da Embrapa Pecuária Sudeste/São Carlos, SP. O método da pipeta baseia-se resumidamente na separação física da areia do silte e da argila seguida da quantificação por pesagem. Pode-se observar que o solo de estudo é basicamente argiloso, ou seja, as propriedades físico-químicas do solo são devidas principalmente à elevada superfície específica e alta reatividade apresentada pelos componentes da fração argila. Os outros dois componentes, areia e silte são menos eficientes nos processos químicos, pois são constituídos de partículas mais grosseiras de minerais primários e de quartzo (MALAVOLTA, 1976).

Tabela III: Atributos físicos do solo empregado neste experimento.

Areia (g kg ⁻¹)	Argila (g kg ⁻¹)	Silte (g kg ⁻¹)
192	581	227

Tabela IV: Atributos químicos do solo empregado neste experimento.

P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
2	19	4,9	0,4	9	2	32	11	40	26

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³.

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

A Tabela IV apresenta os resultados relativos à análise química do solo empregado neste estudo. A quantidade de matéria orgânica (MO) do solo está acima da prevista para solos com baixo teor (<14 g dm⁻³), segundo os parâmetros do Programa de Controle de Qualidade de Laboratórios com o Sistema IAC de Análise de Solos. O IAC estabelece para esses solos com baixo teor de MO valores inferiores a 14 g dm⁻³, e para solos com altos teores de MO, valores maiores que 26 g dm⁻³ (RAIJ, 1987).

A medida de pH visa determinar a atividade do íon H⁺ em suspensões de solo em solução de CaCl₂. Quando o pH está entre 4,4 e 5,0, o solo é considerado de alta acidez. Já no intervalo entre 5,6 e 6,0, o solo dito de baixa acidez e considerado solo cultivável (RAIJ, 1987).

A soma de bases (SB) de um solo consiste na soma dos teores dos cátions Ca²⁺, Mg²⁺ e K⁺. Um solo contendo SB baixo é um solo pobre em nutrientes vegetais como Ca, Mg e K e outros. O valor encontrado para S.B. do solo em estudo (11 mmolc dm⁻³, Tabela

IV) é característico de solos com alta SB (Tabela V). Este parâmetro é muito importante no que diz respeito à fertilidade e ao emprego de adubos e corretivos ao solo (RAIJ, 1987).

De acordo com Epstein (1976), a disponibilidade dos metais também é influenciada pela capacidade de troca catiônica (CTC), quanto maior a CTC, maior a complexação dos metais tóxicos, portanto menos disponíveis se tornam às culturas. Um valor baixo de CTC indica que o solo tem pequena capacidade para reter cátions em forma trocável; neste caso, não se devem fazer adubações e calagens em grandes quantidades de uma só vez, mas parceladas, para que se evitem maiores perdas por lixiviação (MELLO, 1987). O solo usado neste estudo apresenta uma alta CTC (Tabela V).

A saturação por bases (V%) indica quanto da capacidade de troca de cátions é ocupada, em termos percentuais, por cátions como cálcio, magnésio e potássio. A porcentagem de saturação por bases encontrada (Tabela IV) para o solo, segundo o IAC, está baixa; isto significa que há pequenas quantidades de cátions, tais como cálcio, potássio e magnésio saturando as cargas negativas dos colóides, e que a maioria delas pode estar sendo neutralizada por H^+ e Al^{3+} ; o solo, neste caso, é classificado como solo ácido podendo conter alumínio em níveis fitotóxicos (RAIJ, 1987).

Tabela V: Interpretação dos valores de CTC, SB e V% em solos.

CTC (mmolc dm ⁻³)	Interpretação
< 5,0	baixa
5,1 - 15,0	moderada
15,1 - 50,0	alta
> 50	muito alta
SB (mmolc dm ⁻³)	Interpretação
< 2,5	baixa
2,6 - 5,5	média
> 5,5	alta
V (%)	Interpretação
< 50	baixa
51 - 70	média
71 - 80	boa
> 80	alta

Fonte: MELLO, 1987.

A relação C/N constitui um parâmetro confiável para o acompanhamento da compostagem até se chegar ao produto final, no qual a relação deve estar entre 8/1 e 12/1, com média de 10/1 (KIEHL, 1998). A relação de 8,8 encontrada para o composto utilizado neste estudo, está dentro da especificação citada, indicando que o composto proveniente da Usina de Araras não é deficiente em carbono, ou seja, não é deficiente em matéria orgânica, sendo possível utilizá-lo, assim como é feito, em parques e jardins da cidade.

No entanto, um composto é considerado fertilizante orgânico registrado e comercializado somente quando a relação C/N for de no máximo 18/1. Portanto, de acordo com o resultado apresentado na Tabela VI, o composto produzido na Usina de Compostagem de Araras não pode ser registrado e nem comercializado, segundo normas descritas na Circular Técnica-3 (SILVA, F.C., 2002).

Tabela VI: Análise de C e N e relação C/N para o composto utilizado neste estudo.

Amostra	C (g kg ⁻¹)	N (g kg ⁻¹)	C/N (g kg ⁻¹)
Composto	106	12	8,8

6.2 - Atributos do solo após a adição dos aditivos

Após a incorporação dos aditivos, não houve mudança quanto à composição granulométrica do solo em nenhum dos tratamentos e nenhum dos tempos de incorporação, tanto para o experimento conduzido em casa de vegetação como para o conduzido em BOD (Tabelas A1 e A2 do Anexo A), como era esperado, já que é necessário muito tempo e intemperismo para causar alterações na granulometria de um solo.

Tabela VII: Atributos químicos do solo após 25 dias da incorporação dos aditivos.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	2	19	4,9	0,4	5	2	29	7	40	19
solo + 30Mg ha ⁻¹	5	19	5,5	1,1	13	4	24	18	42	43
solo + 60Mg ha ⁻¹	10	20	5,9	1,5	21	4	20	26	47	58
solo + 90Mg ha ⁻¹	17	20	6,3	2,3	34	6	16	42	59	72
solo + 120Mg ha ⁻¹	25	22	6,7	3,2	52	7	14	62	75	81
solo + calcário	2	17	5,9	0,6	14	7	20	22	42	52

* resultados apresentados em mmolc.dm⁻³.

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Os resultados apresentados na Tabela VII evidenciam que tanto a matéria orgânica, como o fósforo disponível, aumentam com a adição de composto, porém, permanecem

constantes com o calcário. A matéria orgânica facilmente biodegradável apresenta radicais carboxílicos (-COOH) e hidroxílicos (OH)⁻, os quais atuam nos mecanismos de quelação. O termo quelação refere-se a uma configuração em anel, resultante da combinação de um metal com dois ou mais grupos doadores de elétrons existente em uma molécula, esta representa o ligantes ou agente quelante. Ocorre que as moléculas de água coordenadas com um metal são substituídas por grupos mais estáveis do agente quelante. Em outras palavras: a molécula orgânica atuando como pinça, remove o metal da solução numa reação que é reversível, ou seja, a “pinça” pode se abrir e soltar de novo o metal. Os metais presos aos anéis do quelato perdem suas características catiônicas e, por isso são menos sujeitos às reações que ocorrem no solo. Os ácidos húmicos e fúlvicos da matéria orgânica são agentes queladores.

Os valores para K, pH, Ca, Mg, S.B. (soma de bases), CTC (capacidade de troca catiônica) e V% (saturação por bases) aumentam com as adições de composto e de calcário. Conseqüentemente, o valor para H+Al diminuiu com a adição de composto e calcário. Segundo Mello (1987), quando o pH é superior a 5,55 é provável que o solo não possua Al³⁺ trocável ou que contenha pequena quantidade do mesmo. Porém, se o pH for igual ou inferior a 5,27, poderá possuir Al trocável em nível fitotóxico.

Nenhuma das amostras analisadas apresentou a acidez total alta (>50,00 mmolc dm⁻³). Nos solos que apresentam elevada acidez, ocorre dissolução de alumínio, que passa a ser um componente da acidez total. O alumínio é a principal causa da acidez excessiva dos solos, podendo tornar-se um elemento fitotóxico. Em condições de acidez elevada também pode ocorrer a solubilização de metais potencialmente tóxicos, disponibilizando-os para absorção pelas plantas. Além do pH do solo, sua CTC,

quantidades totais de argila e de matéria orgânica determinam o poder tampão do solo, ou seja, sua resistência à mudança de pH. A capacidade tampão de um solo aumenta com a quantidade de argila e de matéria orgânica presentes, estes solos necessitam de uma quantidade maior de calcário para aumentar o seu pH, enquanto que solos com baixa capacidade tampão (solos arenosos) necessitam de uma quantidade menor de calcário (MOURA, 2006).

Não foram observadas variações significativas nos parâmetros de fertilidade nem em função do tempo de permanência do composto no solo (85 até 265 dias) e nem com relação ao sistema (casa de vegetação ou BOD) onde foi desenvolvido o experimento (Tabelas A3 a A10 do Anexo A).

A Tabela VIII apresenta uma interpretação da relação C/N do solo. Quando a relação C/N do material orgânico é larga, há abundância de C, mas pode haver insuficiência de N. Uma consequência é que o processo de decomposição é lento. A adição de adubos nitrogenados acelera-o. O N extra é absorvido pelos microorganismos cuja população aumenta e, mais C e N são assimilados e, maior quantidade de C é oxidada no processo de respiração e liberado como CO₂. À medida que os microorganismos morrem, vão sendo decompostos por outros. Parte do C é reassimilada e parte oxidada e perdida como CO₂. O processo continua com perda de CO₂ (cerca de 1/3 do C do material orgânico é aproveitado pelos microorganismos e 2/3 perdido como CO₂) e a relação C/N vai se estreitando. Quando a C/N atinge um valor próximo ou inferior a 17, há mais N que C em relação às necessidades dos organismos que provocam a decomposição e o N é liberado como NH₃, que é convertida em NH₄⁺, NO₂⁻ e NO₃⁻ em condições normais. A decomposição, entretanto, continua com liberação de CO₂ e NH₃ até que a relação C/N se aproxime do

valor de equilíbrio com as condições ambientais que, oscila, em geral, entre 10 e 12. Daí por diante, a decomposição libera C e N nessas proporções (MELLO, 1987).

Tabela VIII: Interpretação da relação C/N do solo.

C/N	Interpretação
≤ 12	Estreita
13 a 20	Média
> 20	larga

Fonte: MELLO, 1987.

As plantas e a microbiota do solo são sensíveis a aumentos na concentração de nitrogênio disponível, bem como a outros nutrientes fornecidos com a adição do composto. Após o período de incubação foi verificado que a adição de composto não alterou a C/N do solo até a dose de 60 Mg ha⁻¹; para os tratamentos com maior dose de composto (90 e 120 Mg ha⁻¹), a C/N diminuiu; a adição de calcário provocou um aumento da C/N. O nitrogênio pode estimular a multiplicação de bactérias, as quais irão metabolizá-lo alterando assim os valores da relação C/N do solo. Como se trata de uma relação, as quantidades de composto adicionadas podem ter elevado os valores de C, diminuindo a proporção C/N.

Em geral, o mais adequado às plantas e à microbiota do solo são valores médios (13 a 20) para a relação C/N do solo. Pode-se observar na Tabela IX Até 25 dias, o solo apresenta média relação C/N em todos os tratamentos, com exceção do tratamento com calcário.

Tabela IX: Análise de C e N após 25 dias da incorporação do composto ao solo.

Amostra	C (g kg⁻¹)	N (g kg⁻¹)	C/N (g kg⁻¹)
solo s/ aditivos	14	0,7	20,0
solo + 30Mg/ha	14	0,7	20,0
solo + 60 Mg/ha	16	0,8	20,0
solo + 90 Mg/ha	17	0,9	18,9
solo + 120 Mg/ha	23	1,4	16,4
solo + calcário	15	0,7	21,4

A Tabela X apresenta os resultados da análise de C e N para todos os tratamentos e tempos de incorporação do composto ao solo em casa de vegetação e BOD. Como esperado, observa-se que a adição de composto acarreta um aumento na quantidade de C e, sobretudo, N nos solos, e, conseqüente diminuição da relação C/N, o que não ocorreu para a adição de calcário aumenta. Em geral, observa-se média (Tabela VIII) relação C/N nos tratamentos com maior dose de composto (90 e 120 Mg ha⁻¹) e larga relação C/N nos demais tratamentos, apontando como favorável a adição de composto para trazer a relação C/N para valores médios (Tabela VIII).

Em termos físicos a adição de uma matriz com relação C/N menor, no caso o composto, numa outra matriz com relação C/N maior (solo), considerando-se as proporções desta adição haverá uma resultante que tenderá a valores intermediários.

Tabela X: Análise de C e N para os tratamentos em diferentes tempos de incorporação.

Tratamentos	Tempo de incorporação	Análise elementar					
		C (g kg ⁻¹)		N (g kg ⁻¹)		C/N (g kg ⁻¹)	
		BOD	CasVeg	BOD	CasVeg	BOD	CasVeg
Solo sem aditivos	85 dias	15	16	0,7	0,7	21,4	22,8
solo + 30 Mg/ha		19	20	0,7	0,9	27,1	22,2
solo + 60 Mg/ha		19	20	0,9	1,1	21,1	18,2
solo + 90 Mg/ha		21	20	1,2	1,2	17,5	16,7
solo + 120 Mg/ha		24	24	1,4	1,4	17,1	17,1
solo + calcário		18	18	0,7	0,8	25,7	22,5
Solo sem aditivos	145 dias	17	17	0,8	0,7	21,2	24,3
solo + 30 Mg/ha		19	19	0,9	0,9	21,1	21,1
solo + 60 Mg/ha		20	20	1,0	1,1	20,0	18,2
solo + 90 Mg/ha		21	22	1,2	1,2	17,5	18,3
solo + 120 Mg/ha		27	25	1,7	1,5	15,9	16,7
solo + calcário		18	18	0,7	0,7	25,7	25,7
Solo sem aditivos	205 dias	16	18	0,7	0,7	22,8	25,7
solo + 30 Mg/ha		19	18	0,9	0,9	21,1	20,0
solo + 60 Mg/ha		21	18	1,0	1,0	21,0	18,0
solo + 90 Mg/ha		21	22	1,2	1,2	17,5	18,3
solo + 120 Mg/ha		26	25	1,6	1,5	16,2	16,7
solo + calcário		18	18	0,7	0,7	25,7	25,7
Solo sem aditivos	265 dias	17	18	0,8	0,8	21,2	22,5
solo + 30 Mg/ha		19	18	1,0	0,8	19,0	22,5
solo + 60 Mg/ha		19	19	0,9	0,9	21,1	21,1
solo + 90 Mg/ha		23	21	1,3	1,1	17,7	19,1
solo + 120 Mg/ha		26	22	1,7	1,4	15,3	15,7
solo + calcário		17	17	0,8	0,7	21,2	24,3

6.3 - Determinações por ICP OES

A curva analítica para todas as frações foi preparada em HNO₃ 1% (STEPAN, 2001 e TODOLÍ, 1999). Para avaliar a adequação desta escolha aos diferentes extratos, para amostras de 25 dias as análises foram efetuadas utilizando-se a curva em HNO₃ 1% e nos extratores de cada fração. Como não houve diferença significativa (menor do que 5%) nas leituras efetuadas de uma e outra forma, optou-se por utilizar uma única curva para todas as frações. As soluções padrão utilizadas contêm todos os metais de interesse, ou seja, são

multielementares. A partir de uma solução estoque $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ de cada elemento, fez-se uma solução multielementar $40 \mu\text{g mL}^{-1}$ e diluiu-se para as seguintes concentrações: 0,4; 1,6; 3,2; 8,0; 16,0 e $32,0 \mu\text{g mL}^{-1}$, as quais foram utilizadas no preparo da curva analítica. Os metais determinados foram: Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em equipamento ICP OES Varian, modelo Vista RL, CCD Simultaneous, com a supervisão da Dra. Ana Rita de Araújo Nogueira, pesquisadora da Embrapa Pecuária Sudeste – São Carlos. As condições de operação do equipamento ICP OES estão apresentadas na Tabela XI.

Tabela XI: Parâmetros de operação do ICP OES.

Gerador de frequência	40 MHz
Modo de observação	Radial
Sistema de difração	Grade Echelle
Detector	Dispositivo de carga acoplada (CCD)
Potência de rádio frequência	1,4 kW
Nebulizador	Concêntrico
Câmara de nebulização	Ciclone
Vazão de gás de geração do plasma	15 L min^{-1}
Vazão de gás auxiliar	$1,5 \text{ L min}^{-1}$
Vazão de aspiração da amostra	$3,5 \text{ mL min}^{-1}$
Vazão de gás de nebulização	$0,6 \text{ L min}^{-1}$
	213 - 267 nm
Replicatas	3
Tempo de integração/s	10
Comprimento de onda (nm)	Cd (214,439); Co (230,786); Cr (267,716); Cu (327,395); Mn (257,610); Ni (231,604); Pb (217,000); Zn (213,857)

Os limites de quantificação (LOQ) (mg kg^{-1}) para os analitos utilizados no equipamento ICP OES são: Cd = 0,10; Co = 0,20; Cr = 0,25; Cu = 0,35; Mn = 0,18; Ni = 0,60; Pb = 1,90; Zn = 0,30.

Os limites de quantificação (LOQ) em mg L^{-1} foram calculados considerando-se a concentração do analito que produz um sinal líquido (altura de pico) equivalente à intensidade do sinal de fundo (BEC). Os LOQ's em mg kg^{-1} foram calculados a partir do LOQ em mg L^{-1} considerando-se a massa da amostra e a diluição a que foram submetidos os extratos. As equações envolvidas no cálculo do BEC, foram deduzidas conforme sugerido pela IUPAC (INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY, 1978):

O BEC é calculado pela equação:

$$\text{BEC} = (C_H \times I_B) / (I_H - I_B)$$

Onde,

C_H é a concentração da solução de referência mais concentrada,

I_B é a intensidade do branco analítico,

I_H é a intensidade de emissão da referência mais concentrada.

O limite de quantificação (LOQ), considerando-se o BEC, é calculado aplicando-se a fórmula:

$$\text{LOQ} = (10 \times \text{RSD}_B \times \text{BEC}) \times 100$$

Onde, o RSD_B é o desvio padrão relativo do branco.

Como já foi salientado, os 6 tratamentos feitos constaram da adição de composto de resíduos sólidos urbanos nas doses de 0, 30, 60, 90 e 120 Mg ha⁻¹ ao solo e na adição de calcário o suficiente para se atingir 70% de saturação por bases do solo.

Após 25 dias, de cada um dos 6 tratamentos retiraram-se 3 sub amostras, totalizando 18 amostras analisadas para 4 frações, ou seja, 72 determinações por ICP OES. As demais amostragens que contaram com 4 replicatas (4 vasos por tratamento na casa de vegetação e 4 frascos por tratamento em incubadora), foi tomada apenas uma amostra por vaso ou frasco, totalizando 24 amostras analisadas para cada uma das 5 frações somando 96 determinações por ICP OES em amostras provenientes de casa de vegetação e outras 96 determinações em amostras oriundas da estufa incubadora, para cada tempo de permanência estudado (após 85, 145, 205 e 265 dias da incorporação do composto ao solo), totalizando 768 extratos analisados, além dos 72 extratos referentes à primeira amostragem após 25 dias, ou seja, 840 extratos.

Os resultados das determinações por ICP OES estão expressos nas Tabelas A11-A46 (Anexo A) e representam a média de três repetições de cada determinação por ICP OES, as concentrações estão apresentadas em *mg de metal por kg de solo*.

6.3.1 Determinação dos metais no solo após 25 dias da incorporação dos aditivos

Os resultados da determinação dos metais por ICP OES após 25 dias da incorporação dos aditivos estão apresentados nas Tabelas A11-A14 no anexo A.

Os resultados apresentados na Tabela A11 são referentes às concentrações dos metais presentes na fração I, solúvel. Os metais solúveis, por permanecerem na solução do solo, podem ser absorvidos pelas plantas ou serem adsorvidos pelas partículas do solo ou

lixiviados. Os íons metálicos trocáveis são retidos por interações eletrostáticas com as cargas negativas presentes nas argilas e na matéria orgânica do solo e, por meio de reações de troca iônica também podem ser disponibilizados.

Pode-se observar (Tabela A11) que as concentrações de Cd, Cr, Ni e Pb na fração I estão abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. A concentração de Co não se altera pela adição dos aditivos. A concentração de Cu diminui 37,5% com a adição de composto (120 Mg ha^{-1}) e 25% com a adição de calcário, em relação ao solo sem aditivo, provavelmente devido à complexação com a matéria orgânica. A concentração de Mn aumenta 42% com a adição de composto até a dosagem de 60 Mg ha^{-1} , nos tratamentos com 90 e 120 Mg ha^{-1} , a concentração é a mesma do solo sem aditivo e, com a adição de calcário, a concentração deste metal diminui 11% provavelmente devido à complexação com a matéria orgânica. A concentração de Zn aumenta quase 10 vezes (120 Mg ha^{-1}) com a adição de composto em relação ao solo sem aditivo e não se altera pela adição de calcário. No entanto, para todos os tratamentos, as concentrações estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I).

Os resultados apresentados na Tabela A12 são referentes às concentrações dos metais presentes na fração II (metais presentes na forma redutível, ligados aos oxihidróxidos de Fe e Mn), após 25 dias da incorporação do composto. As concentrações de Cd, Cr, Ni e Pb na fração II estão abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. A concentração de Co aumenta 51% com a adição de composto (120 Mg ha^{-1}) e 14% com o calcário em relação ao solo sem aditivo. A concentração de Cu dobrou no tratamento com 120 Mg ha^{-1} e aumentou 10% com a adição de calcário em relação ao solo sem aditivo. A concentração de Mn aumenta cerca de 54% com a adição de composto (120 Mg ha^{-1}) e

13% com o calcário em relação ao solo sem aditivo. A concentração de Zn aumenta com o composto, porém, não se alteram pela adição de calcário.

Os resultados para a fração III (metais presentes na forma oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) após 25 dias estão apresentados na Tabela A13. As concentrações de Ni e Pb na fração III estão abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. As concentrações de Cd, Co, Cr e Mn não se alteraram com adição dos aditivos. A concentração de Zn aumenta com a adição de composto, é 10 vezes maior no solo com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo sem aditivos e não se altera com a adição de calcário. A concentração de Cu aumenta com a adição de composto, é 3 vezes maior no solo com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo sem aditivos e também não se altera com a adição de calcário.

Os resultados para a fração residual após 25 dias estão apresentados na Tabela A14. As concentrações de Cd e Co não se alteram pela adição dos aditivos. As concentrações dos demais metais determinados aumentam com a adição dos aditivos. Em relação ao solo testemunha (sem aditivos), no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ e no solo tratado com calcário estes aumentos foram, respectivamente: 36 e 8% na concentração do Cr; 92 e 18% na concentração do Cu; 31 e 10% na concentração de Mn; 40 e 11% na concentração de Ni; 44 e 10% na concentração do Pb; 65 e 22% na concentração de Zn. Embora as concentrações para alguns metais como Cd, Co, Ni e Pb estejam acima dos valores de prevenção e/ou intervenção estabelecidos pela CETESB (Tabela I), os metais na fração residual são insolúveis, e, portanto, indisponíveis às plantas e à lixiviação.

Pode-se dizer, comparando-se os valores encontrados na Tabela A11 para a fração I (solúvel, trocável e ligados a carbonatos), considerada potencialmente disponível para as

plantas e águas subterrâneas, com os valores orientadores da CETESB apresentados na Tabela I, que após 25 dias da incorporação do composto, todas as concentrações estão abaixo dos valores limites, não representando risco de contaminação. O mesmo foi observado na Tabela A12 para a fração II (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) e na Tabela A13 para a fração III (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos).

A maior parte dos elementos está presente no resíduo, necessitando forte ataque ao solo para liberar. Os metais na forma residual são os menos disponíveis para as plantas.

6.3.2 - Determinação dos metais no solo ao longo do tempo em casa de vegetação e estufa incubadora

6.3.2.1 - Fração I (solúvel, trocável, ligados a carbonatos)

As Tabelas A15 a A18 (Anexo A) contêm os resultados para a fração I ao longo do tempo (85, 145 e 205 e 265 dias) de contato dos aditivos com o solo em casa de vegetação. Como já foi salientado, os metais presentes nesta forma são potencialmente disponíveis ao meio e podem representar riscos reais de contaminação ambiental.

Após 85 dias, as concentrações de Cd, Cr, Cu, Ni e Pb estão abaixo do limite de quantificação. Pode-se observar que a concentração dos metais permanece praticamente constante com a adição dos aditivos, com exceção da concentração de zinco que apresenta um aumento de quase 10 vezes no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹, no entanto, para o solo testemunha (solo sem aditivos) e para o solo com calcário, a concentração de Zn está abaixo do limite de quantificação.

Após 145 dias da incorporação, as concentrações de Cd, Co, Cr, Cu, Ni e Pb estão abaixo do limite de quantificação; a concentração de Mn praticamente não se altera com a adição dos aditivos, já a concentração de Zn é quase 6 vezes maior no tratamento com 120

Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹, porém tanto para o solo testemunha como para o solo com calcário, a concentração de Zn está abaixo do limite de quantificação.

Após 205 dias em casa de vegetação, as concentrações de Co e Cu ficaram abaixo do limite de quantificação. As concentrações observadas para os demais metais não se alteraram com a adição dos aditivos e não representam risco de contaminação ambiental, uma vez que todos os valores de concentração para todos os metais de estudo, neste tempo e sistema, estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I), com exceção da concentração de Cd, que é um metal potencialmente tóxico, cujos valores apresentados na Tabela XVIII, são, na maior parte dos tratamentos, superiores ao valor de prevenção estabelecido pela CETESB que é de Cd = 1,3 mg kg⁻¹.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações de Cu e Ni encontram-se abaixo do limite de quantificação. As concentrações dos demais metais não representam risco de contaminação ambiental, uma vez que seus valores estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I). Com a adição de calcário, as concentrações de Cd e Cr aumentam, respectivamente, 83 e 79%, enquanto que a concentração de Co é 4 vezes maior no tratamento com calcário em relação ao solo testemunha. A concentração de Cd apresenta um aumento com a adição de composto e no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ é 94% maior que no solo testemunha. As concentrações de Co e Cr também aumentam com o composto, no entanto este aumento é mais pronunciado no tratamento com 30 Mg ha⁻¹ (4 vezes maior para o Co e 79% para o Cr) em relação ao solo testemunha; com o aumento na dose de composto, as concentrações de Co e Cr diminuem (48 e 33%, no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo com 30 Mg ha⁻¹), mas ainda

são superiores (2 vezes para o Co e 20% para o Cr) às do solo testemunha. A concentração de Mn praticamente não se altera com a incorporação dos aditivos. A concentração de Pb apresenta um aumento de 30% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹, porém tanto para o solo testemunha (solo sem aditivos) como para o solo com calcário, a concentração de Pb está abaixo do limite de quantificação do equipamento. Já a concentração de Zn apresenta um aumento de quase 10 vezes no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha e praticamente não se altera com a adição de calcário.

As Tabelas de A19 a A22 (Anexo A) contêm os resultados para a fração I em estufa incubadora, para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo. Os metais presentes nesta forma são prontamente disponíveis ao meio e, em concentrações inadequadas, representam risco de contaminação.

Após 85 dias em incubadora, as concentrações de Cd, Cr e Pb e Ni (nos tratamentos: solo sem aditivo, solo com calcário e com 30 Mg ha⁻¹) estavam abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. As concentrações de Co e Mn permanecem praticamente constantes com a adição dos aditivos. A concentração de Cu diminui 75% com a adição de composto e 55% com calcário; já a concentração de Zn não se altera com a adição de calcário, porém, é cerca de 40 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo sem aditivos, ultrapassando, no tratamento com 120 Mg ha⁻¹, o valor de prevenção estabelecido pela CETESB que é de 300 mg kg⁻¹ (Tabela I). Em estufa incubadora, as concentrações de Co, Cu, Mn e Zn foram no mínimo 5 vezes (para o Co) maior em relação às concentrações observadas em casa de vegetação (Tabela A15) para a

fração I, no entanto trata-se de micronutrientes que nos teores observados não são impactantes ao meio.

Após 145 dias em incubadora, as concentrações de Cd, Co e Mn praticamente não se alteraram com a adição dos aditivos, no entanto, os teores de Cd são praticamente iguais ao valor de intervenção estabelecido pela CETESB que é de 3 mg kg^{-1} (Tabela I) numa fração potencialmente solúvel, disponível; as concentrações de Cr, Ni e Zn aumentaram mais de 100% com a adição dos aditivos em relação ao solo testemunha, sendo que os teores de zinco no tratamento com calcário, 90 e 120 Mg ha^{-1} de composto são praticamente iguais ao valor de prevenção estabelecido pela CETESB que é de 30 mg kg^{-1} , para os demais metais, os teores observados estavam abaixo dos valores orientadores estabelecidos pela CETESB; por outro lado, as concentrações de Cu e Pb diminuem cerca de 90% com a adição dos aditivos provavelmente devido à complexação do metal com a matéria orgânica.

Em estufa incubadora, a concentração dos metais aumentou em relação às concentrações observadas em casa de vegetação para a fração I, fato atribuído às condições favoráveis de temperatura e umidade da incubadora que podem propiciar reações químicas dos metais presentes no sistema solo-composto. Por outro lado, há que se considerar a possibilidade de lixiviação dos metais no solo mantido nos vasos em casa de vegetação, apesar das práticas adotadas para minimizar a percolação da água na manutenção da umidade dos solos.

Após 205 dias em incubadora, as concentrações de Co, Cu e Pb ficaram abaixo do limite de quantificação. As concentrações determinadas não representam risco de contaminação, uma vez estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I). No entanto a concentração de Cd em todos os tratamentos esta próxima do valor

de prevenção ($1,3 \text{ mg kg}^{-1}$), sendo adequado, portanto, um estudo quanto aos impactos causados por uma aplicação sucessiva dos aditivos ao solo.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações de Cd, Co, Cu, Ni, Pb e Zn (solo testemunha e com calcário) encontram-se abaixo do limite de quantificação. Os teores dos metais determinados não representam risco de contaminação ambiental, uma vez que seus valores estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I). As concentrações de Cr e Mn praticamente não se alteraram com a incorporação dos aditivos. Já a concentração de Zn é quase 4 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha^{-1} em relação ao tratamento com 30 Mg ha^{-1} .

Nas Figuras 05 a 12 são apresentados gráficos comparativos dos metais para a fração I, solúvel, em estufa incubadora e em casa de vegetação ao longo do tempo, a fim de facilitar a visualização dos resultados que acabam de ser descritos.

A disponibilização do Cd ocorre em casa de vegetação após 205 dias da incorporação dos aditivos ao solo (Figura 05), fato que pode ser inferido considerando-se a degradação da matéria orgânica e liberação do metal. Na incubadora, esta disponibilização ocorreu após 145 dias onde foram observadas as maiores concentrações de Cd. Notando-se que a partir dos 205 dias a concentração de Cd em FI diminui (Figura 29).

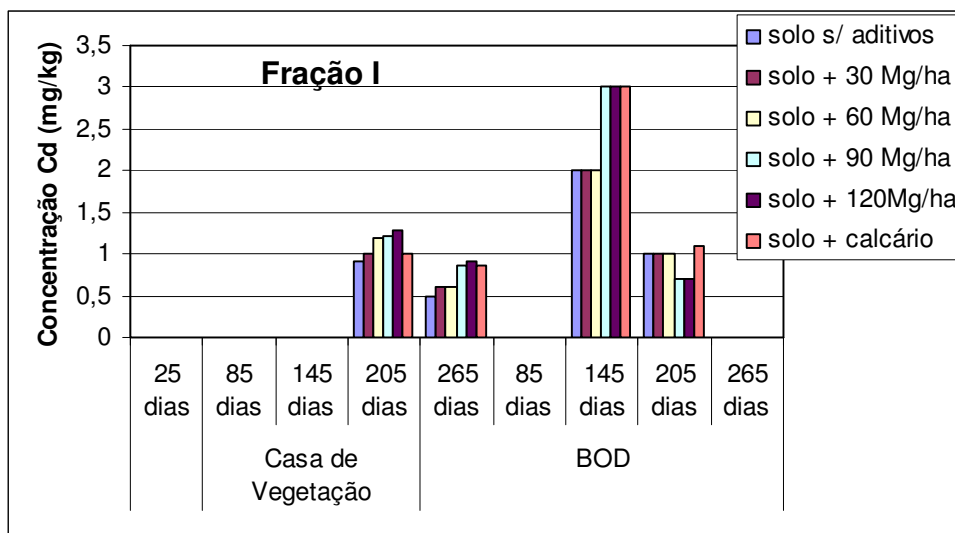


Figura 05: Comportamento do cádmio ao longo do tempo na fração solúvel.

Pode-se observar o comportamento distinto do cobalto na fração solúvel em casa de vegetação e incubadora (Figura 6). Em casa de vegetação, a concentração de Co se manteve praticamente constante ao longo do tempo, estando após 145 e 265 dias abaixo do LOQ; em incubadora, a concentração de Co diminui ao longo do tempo, fato que pode ser atribuído à interação do metal com os constituintes do solo. Em incubadora, a atividade microbiana pode ser a responsável pela disponibilização de Co aos 85 dias; após 145 dias a atividade biológica entra em equilíbrio e o Co passa para a fração residual (Figura 31)

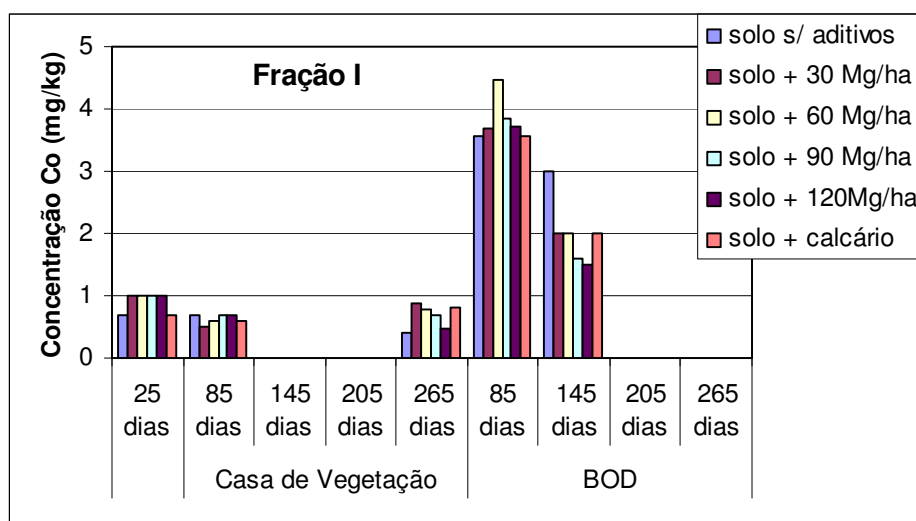


Figura 06: Comportamento do cobalto ao longo do tempo na fração solúvel.

Como mostra a Figura 07, o Cr é praticamente indisponível ao longo do tempo em casa de vegetação. Em incubadora, a atividade microbiana pode ser a responsável pela disponibilização de Cr após 145 dias; aos 205 dias a atividade biológica entra em equilíbrio e o Cr está associado à fração residual (Figura 33).

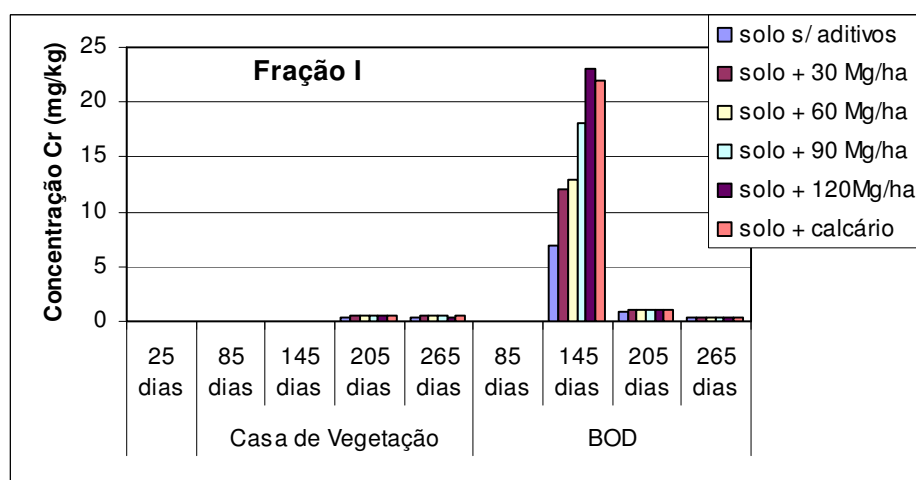


Figura 07: Comportamento do cromo ao longo do tempo na fração solúvel.

Pode-se observar que o Cu é praticamente indisponível ao longo do tempo em casa de vegetação; em incubadora, a atividade microbiana pode ser a responsável pela disponibilização inicial de Cu (até 145 dias), a partir de 205 dias os teores de Cu estavam abaixo do LOQ, provavelmente devido a interação com o solo, como atestam os dados obtidos para a fração residual (Figura 35)

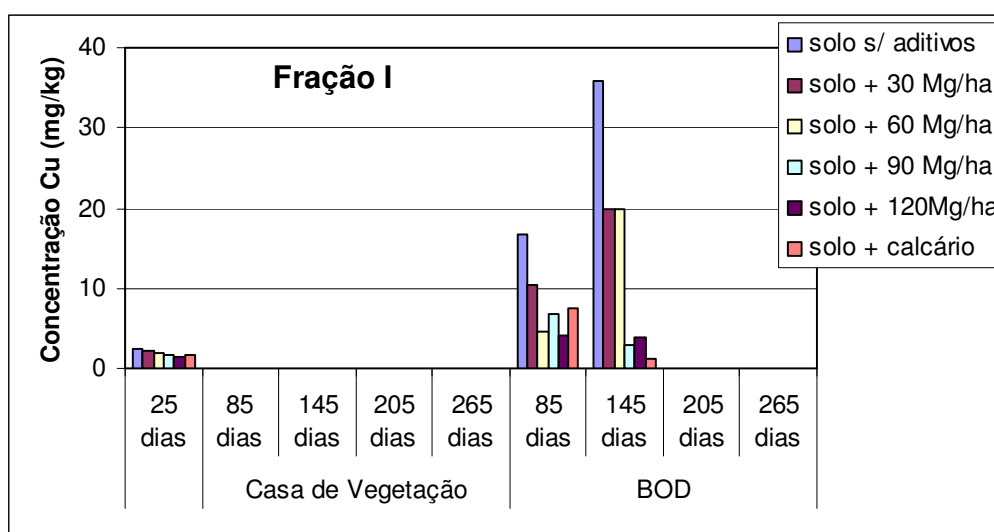


Figura 08: Comportamento do cobre ao longo do tempo na fração solúvel.

Mn é o metal em maior concentração na fração solúvel, de forma semelhante aos outros metais, em casa de vegetação a concentração de Mn na Fração I praticamente não se altera ao longo do tempo e nos tratamentos (Figura 09). Em BOD a disponibilidade vai diminuindo ao longo do tempo, não sendo afetada pelo tipo de tratamento. A diminuição de Mn na fração I diminuiu 75% entre os 85 e os 265 dias.

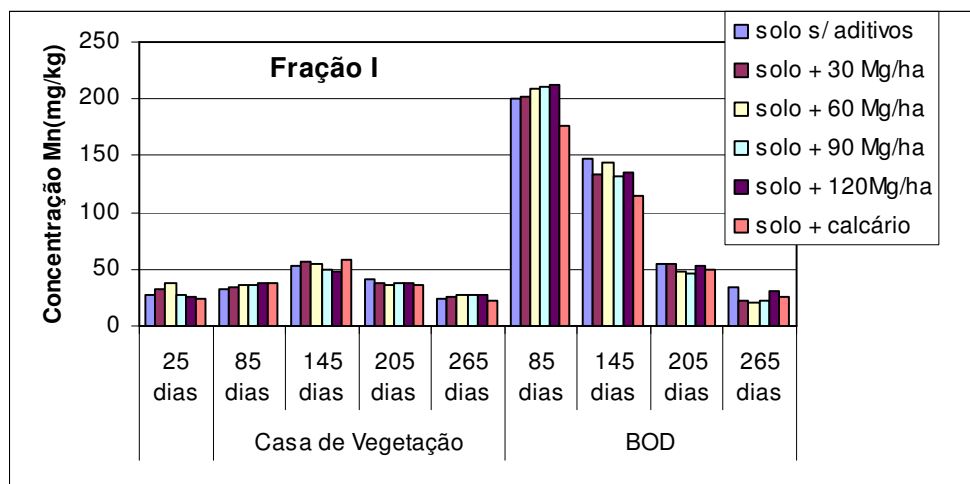


Figura 09: Comportamento do manganês ao longo do tempo na fração solúvel.

Em casa de vegetação, o Ni é praticamente indisponível ao longo do tempo (Figura 10). Em incubadora, a disponibilização inicial do Ni pode estar relacionada à atividade microbiana, como o Ni é tóxico, pode ter ocorrido a morte dos microorganismos, o que indisponibilizou novamente o metal, que aparece na fração residual (Figura 39).

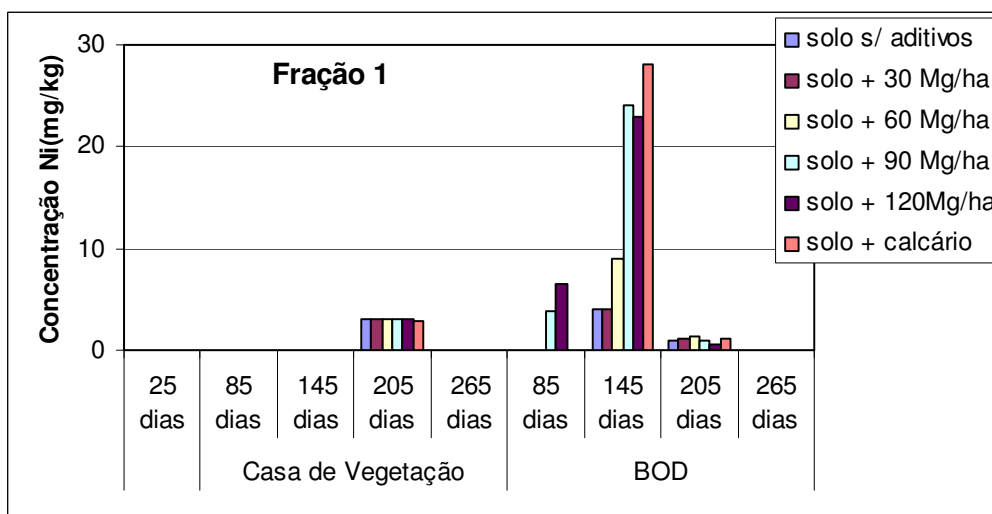


Figura 10: Comportamento do níquel ao longo do tempo na fração solúvel.

Pode-se observar que em casa de vegetação houve disponibilização do Pb após 205 dias (Figura 11). Aos 205 dias, as concentrações de Pb estavam muito próximas ao LOQ (1,9 mg/kg). Em incubadora, observou-se a disponibilização do Pb após 145 dias, o decréscimo abrupto observado ao longo do tempo pode ter sido causado por efeitos do metal disponibilizado sobre as populações de microorganismos. O Pb em todo o tempo de observação esteve mais associados às frações II e residual (Figura 41)

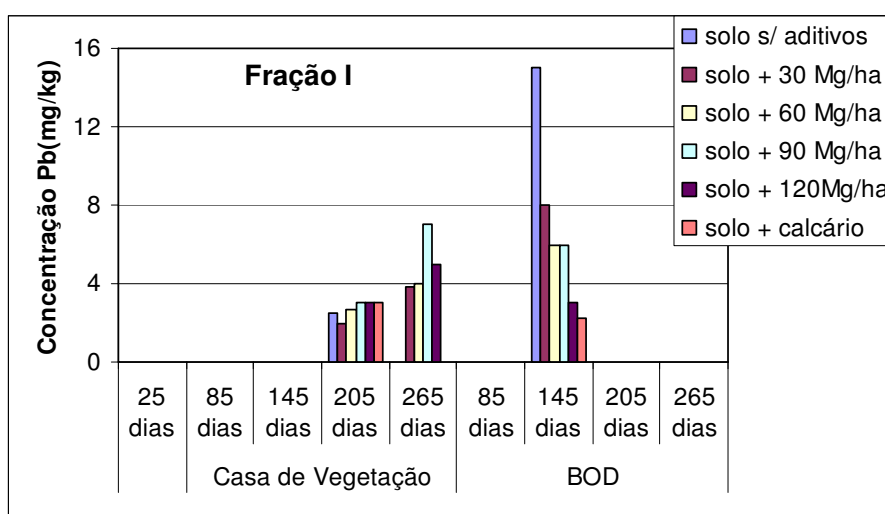


Figura 11: Comportamento do chumbo ao longo do tempo na fração solúvel.

Em casa de vegetação o Zn permaneceu indisponível ao longo do tempo, enquanto que em incubadora observou-se uma disponibilização inicial até 145 dias (Figura 12). A partir de 205 dias o metal estava praticamente indisponível (Figura 43), comportamento similar ao níquel.

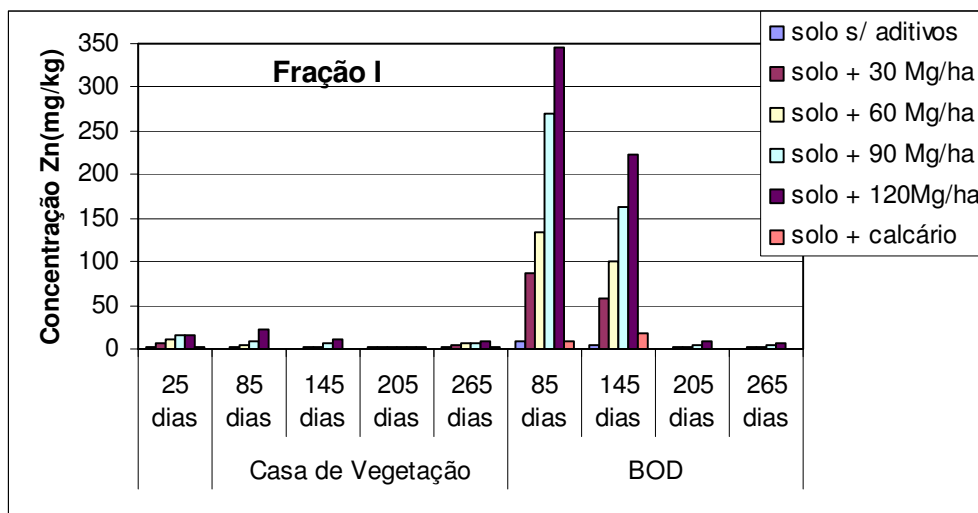


Figura 12: Comportamento do zinco ao longo do tempo na fração solúvel.

6.3.2.2 - Fração II (forma redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn)

Em condições naturais, os metais associados a estes compostos e hidróxidos podem ser liberados em solução se as condições de potencial de redox do ambiente forem modificadas (KORCAK, 1985). As Tabelas A23 a A26 (Anexo A) contêm os resultados para a fração II, em casa de vegetação, para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo, respectivamente.

Após 85 dias, as concentrações de Cd, Cr, Ni e Zn (no solo testemunha e com calcário) estão abaixo do limite de quantificação. A concentração de Co diminui 15% com a adição de calcário e permanece constante com a adição de composto até a dose de 90 Mg ha⁻¹, no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ observa-se um decréscimo de 29% em relação aos demais tratamentos com composto. A concentração de Cu permanece praticamente constante com a adição dos aditivos. A concentração de Mn diminui 12% com a adição de calcário, com a adição de composto, aumenta (15%) até a dose de 60 Mg ha⁻¹, então

diminui 24% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha. A concentração de Pb é 70% maior tratamento com 120 Mg ha⁻¹ e 19% menor com a adição de calcário em relação do solo testemunha. A concentração do zinco é quase 6 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação do solo testemunha. Nenhuma das concentrações observadas representa risco de contaminação.

Após 145 dias da incorporação, as concentrações de Cd, Cr, Cu, Ni e Pb estão abaixo do limite de quantificação. A concentração de Co praticamente não se altera com os aditivos. A concentração de Mn não se altera com a adição de calcário e apresenta um aumento de cerca de 13% com adição de composto (120 Mg ha⁻¹) em relação ao solo sem aditivos. A concentração de Zn é quase 20 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha, porém diminui 51% com a adição de calcário.

Após 205 dias em casa de vegetação, as concentrações de Cr, Cu, Ni, Pb e Zn (solo testemunha e com calcário) estão abaixo do limite de quantificação. As concentrações dos demais metais praticamente não se alteraram com os aditivos e os teores destes elementos estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I), não representando risco de contaminação. A concentração de Zn é quase 7 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações de Cu, Ni e Pb (solo sem aditivo e com calcário) encontram-se abaixo do limite de quantificação. As concentrações de Cd e Cr aumentaram aproximadamente 100 e 50%, respectivamente, com a adição dos aditivos. A concentração de Co praticamente não se altera na presença dos aditivos. A concentração de Mn aumenta 8% com a adição de calcário, com a adição de composto, aumenta (28%) até a dose de 60 Mg ha⁻¹, então diminui, mas ainda é 6% maior

no tratamento com 120 Mg ha^{-1} em relação ao solo testemunha. A concentração de Pb tanto para o solo testemunha (sem aditivos) como para o solo com calcário, está abaixo do limite de quantificação; com a adição de composto observa-se um aumento na concentração da mesma ordem de grandeza para todos os tratamentos independente da dose de composto adicionada. A concentração de Zn é quase 7 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha^{-1} em relação ao solo sem aditivos, com a adição de calcário, houve uma diminuição de 45% no teor deste elemento. No entanto, os teores observados para os metais estão abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I), não representando risco de contaminação ambiental.

As Tabelas de A27 a A30 contêm os resultados para a fração II, em incubadora, para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo. Como já foi mencionado, em condições naturais, os metais associados a estes compostos e hidróxidos podem ser liberados em solução se as condições de potencial de redox do ambiente forem modificadas (KORCAK, 1985).

Após 85 dias, as concentrações de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn (nos solos sem aditivo e com calcário) estão abaixo do limite de quantificação do equipamento de ICP OES. As concentrações de Co e Mn praticamente não se alteraram com a incorporação dos aditivos. A concentração de Zn é quase 4 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha^{-1} em relação ao tratamento com 30 Mg ha^{-1} . Os teores determinados não representam risco de contaminação ambiental.

Após 145 dias da incorporação, as concentrações de Cr, Cu, Ni e Zn (solo testemunha, com 30 Mg ha^{-1} e com calcário) estavam abaixo do limite de quantificação do ICP OES. A concentração de Cd diminuiu 70% no tratamento com 120 Mg ha^{-1} em relação

ao solo testemunha, já com a adição de calcário os teores de Cd aumentam mais que 100% e estavam acima do valor de prevenção da CETESB que é 1,3 mg kg⁻¹ para o Cd. A concentração de Co praticamente não se alterou com os aditivos. A concentração de Mn aumenta 35% com a adição de calcário, com a adição de composto, aumenta (50%) até a dose de 60 Mg ha⁻¹, então diminui 16% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 60 Mg ha⁻¹, mas ainda é 25% maior no solo com 120 Mg ha⁻¹ comparado ao solo sem aditivos. A concentração de Pb diminui 51% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha, e aumenta 93% com a adição de calcário. A concentração de Zn é quase 7 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 60 Mg ha⁻¹.

Após 205 dias em BOD, as concentrações de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn estavam abaixo do limite de quantificação do ICP OES. As concentrações de Co e Mn não se alteraram significativamente com a adição dos aditivos.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações de Cd, Cr, Cu, Ni e Zn (solo sem aditivo e com calcário) estavam abaixo do limite de quantificação. Os teores de metais determinados estavam abaixo dos valores orientadores estipulados pela CETESB (Tabela I), não representando risco de contaminação ambiental. As concentrações de Co, Mn e Pb não se alteraram significativamente na presença dos aditivos. A concentração de Zn é quase 5 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹.

6.3.2.3 - Fração III (forma oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos)

Os metais ligados à matéria orgânica são praticamente indisponíveis ao meio. As Tabelas de A31 a A34 (Anexo A) contêm os resultados para a fração III, em casa de vegetação, para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo.

Após 85 dias, observam-se concentrações quantificáveis apenas dos metais Cu e Mn, os demais metais estão abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. A concentração de Cu aumenta 100% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo sem aditivos, com a adição de calcário, houve uma diminuição de 20% no teor deste elemento. A concentração de Mn diminui 35% (tratamento com 120 Mg ha⁻¹) e 17% com a adição de calcário, em relação ao solo sem aditivos.

Após 145 dias da incorporação do composto, as concentrações Cd, Co, Ni, Pb e Zn estão abaixo do limite de quantificação do equipamento. Os teores de Mn praticamente não se alteraram com a adição dos aditivos. As concentrações de Cr e Cu foram, respectivamente, 3 e 12 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo sem aditivos; com a adição de calcário, a concentração de Cr não se alterou e a de Cu aumentou 5% em relação ao solo sem aditivos.

Após 205 dias em casa de vegetação, as concentrações de Cd, Co, Cr, Ni, Zn e Cu (tratamentos: 0, 30 Mg ha⁻¹ e calcário) estão abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. As concentrações de Mn e Pb praticamente não se alteraram com a adição dos aditivos. A concentração de Cu é 8 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ de composto em relação ao tratamento com 60 Mg ha⁻¹.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações de Co, Cr, Pb, Cu (0, 30, 60 Mg ha⁻¹ e com calcário) e Zn (90 e 120 Mg ha⁻¹) estavam abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES. A concentração de Cd é 2 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ de composto e 3 vezes maior no tratamento com calcário em relação ao solo testemunha. As concentrações de Mn e Ni praticamente não se alteraram na presença dos aditivos.

As Tabelas de A35 a A38 contêm os resultados para a fração III em estufa incubadora para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo.

Após 85 dias, observam-se concentrações quantificáveis apenas dos metais Co, Cr, Cu e Mn, os demais metais estão abaixo do limite de quantificação do ICP OES. As concentrações de Co, Cr e Cu não se alteraram com a adição de calcário e aumentaram 68%, quase 4 vezes e quase 8 vezes, respectivamente, no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha. A concentração de Mn aumenta cerca de 100% com a adição dos aditivos.

Após 145 dias da incorporação dos aditivos, as concentrações Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Zn e Cu (solo sem aditivo, com 30 Mg ha⁻¹ e solo com calcário) estavam abaixo do limite de quantificação do ICP OES. A concentração de Mn praticamente não se alterou com os aditivos; já a concentração de Cu é quase 7 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 60 Mg ha⁻¹. No entanto, os teores determinados não representam risco de contaminação.

Após 205 dias em incubadora, as concentrações de Co, Cr, Ni, Zn e Cu (solo sem aditivo, com 30 e 60 Mg ha⁻¹ e solo com calcário) estavam abaixo do limite de

quantificação do ICP OES. As concentrações de Cd e Mn aumentam 35 e mais de 100%, respectivamente, com a adição de calcário, e aumentam 91% e 3 vezes no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha. A concentração de Cu é quase 3 vezes maior no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao tratamento com 90 Mg ha⁻¹. A concentração de Pb diminui 54% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha, por outro lado, aumenta mais de 100% com a adição de calcário.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, apenas as concentrações de Cd, Cu e Zn são quantificáveis, ainda assim, em concentrações abaixo dos valores orientadores determinados pela CETESB, não representando risco de contaminação. O teor de Cd não se alterou com a adição dos aditivos; as concentrações de Cu e Zn praticamente não se alteraram com a adição de calcário; com a adição de composto, a concentração de Cu foi 8 vezes maior e a Zn diminuiu 56% no tratamento com 120 Mg ha⁻¹ em relação ao solo testemunha. As concentrações dos demais metais estudados estavam abaixo do limite de quantificação do equipamento.

6.3.2.4 - Fração Residual

Os metais presentes nessa fração são insolúveis e, portanto, indisponíveis às plantas e água subterrâneas. As Tabelas de A39 a A42 contêm os resultados para a fração residual, em casa de vegetação, para os tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo.

Após 85 (Tabela A39) e 145 dias (Tabela A40), observa-se que a adição de composto e calcário não causa mudanças significativas na concentração dos metais. Embora as concentrações de Cd e Pb encontrem-se acima do limite de intervenção estipulado pela CETESB (Tabela D), os metais presentes nesta fração são insolúveis, e,

portanto, não são absorvidos pela plantas ou lixiviados para as águas subterrâneas. Após 205 dias (Tabela A41) a concentração de Cd foi cerca de 10 vezes inferior em relação a 145 dias com valores abaixo dos limites estabelecidos pela CETESB.

Após 265 dias da incorporação dos aditivos ao solo, as concentrações dos metais praticamente não se alteraram em relação a 205 dias na fração residual, com exceção da concentração de Pb que após 265 dias está abaixo do limite de quantificação do equipamento ICP OES.

As Tabelas de A43 a A46 contêm os resultados para a fração residual em estufa incubadora nos tempos de permanência de 85, 145 e 205 e 265 dias após a incorporação dos aditivos ao solo.

Após 85 dias, de maneira geral, observa-se que a concentração dos metais aumenta com a adição de composto e calcário. Embora as concentrações de Cd e Pb encontrem-se acima do limite de intervenção estipulado pela CETESB, que são 3 e 180 mg kg⁻¹, respectivamente (Tabela I), os metais presentes nesta fração são insolúveis, e, portanto, não são absorvidos pelas plantas ou lixiviados para as águas subterrâneas. Após 145 dias observou-se um aumento, sobretudo nas concentrações de Mn e Pb na fração residual em relação a 85 dias.

Após 205 dias em estufa incubadora, a concentração de Cd estava abaixo do limite de quantificação do ICP OES. Os teores determinados para os metais não se alteraram significativamente com a adição dos aditivos. A concentração de Pb estava acima do valor de prevenção estipulado pela CETESB que é de 72 mg kg⁻¹, porém numa forma indisponível ao meio, não representando risco de contaminação. Após 265 dias (Tabela A46) da incorporação do composto e do calcário ao solo, as concentrações de Cd, Co e Pb

estavam abaixo do limite de quantificação do ICP OES. Os teores dos metais diminuem em relação a 205 dias.

6.4 - Análise estatística: estudo da variância (Teste F)

O teste F da análise de variância para todos os metais nos diferentes tempos (85, 145, 205 e 265 dias) de incorporação dos aditivos ao solo em casa de vegetação e BOD, está apresentado na Tabela XII. A maioria dos resultados obtidos para os tratamentos nos diferentes tempos de incorporação foram significativos ao nível de 1%. O coeficiente de variação (CV) fornece uma idéia sobre a precisão do experimento. Tendo em vista os coeficientes de variação obtidos comumente nos ensaios agrícolas, considera-se baixo, os inferiores a 10%; médios, de 10 a 20%; altos, de 20 a 30%; e muito altos, acima de 30%. (GOMES, 1977). Pode-se observar na Tabela XII que a maioria dos coeficientes de variação obtidos para os metais nos diferentes tempos de incorporação são iguais ou inferiores a 30%, valores aceitáveis para ensaios agrícolas.

Tabela XII: Teste F da análise de variância: significância e coeficiente de variação (CV) para os metais estudados em diferentes tempos de incorporação dos aditivos ao solo.

Metais	Tempo de incorporação	Significância		Coeficiente de variância	
		(%)		CV (%)	
		BOD	Cas. veg.	BOD	Cas. Veg.
Cd	85 dias	1	NS*	47	27
Co		1	NS	31	20
Cr		1	NS	65	22
Cu		1	1	26	54
Mn		1	NS	15	24
Ni		1	NS	50	20
Pb		5	NS	41	27
Zn		1	1	22	33
Cd	145 dias	1	1	20	22
Co		1	1	24	19
Cr		1	1	30	28
Cu		1	1	26	12
Mn		1	1	15	13
Ni		1	1	29	19
Pb		NS	1	16	11
Zn		1	1	19	10
Cd	205 dias	1	NS	30	52
Co		1	1	9	23
Cr		1	1	22	26
Cu		1	1	17	19
Mn		1	1	9	9
Ni		5	1	29	18
Pb		1	1	13	15
Zn		1	1	13	20
Cd	265 dias	NS	1	75	19
Co		NS	1	29	30
Cr		1	1	42	28
Cu		1	1	14	26
Mn		5	1	21	18
Ni		NS	1	45	37
Pb		NS	1	47	42
Zn		1	1	23	14

* NS – Não significativo

6.5 - Análise estatística: Aplicação do Teste de Tukey

6.5.1 – Experimento conduzido em casa de vegetação

A seguir estão apresentadas as figuras que contêm os resultados do teste estatístico de Tukey para as médias das frações para cada metal estudado nos diferentes tempos de incorporação do composto ao solo em casa de vegetação utilizando o programa computacional SANEST[®]. O Teste de Tukey foi utilizado com 5% de probabilidade para investigar as diferenças entre as concentrações dos metais nas varias frações estudadas. Este teste avalia todo e qualquer contraste entre duas médias, tendo como base a diferença mínima significativa. Os resultados do teste de Tukey foram apresentados atribuindo letras iguais a médias semelhantes e letras distintas a médias que diferem entre si.

. Cádmio (Cd):

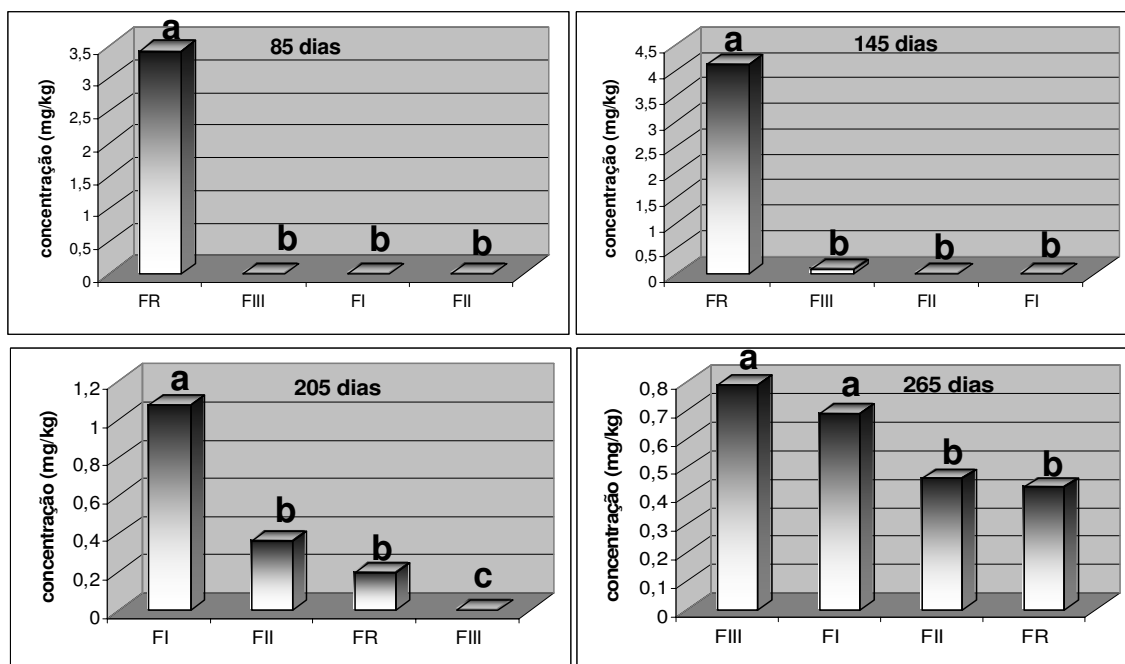


Figura 13: Distribuição do Cd nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 13 mostra que em casa de vegetação, até 145 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cd observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 dias não se observa diferença significativa entre as frações FII e residual, sendo as maiores concentrações de Cd observadas na FI, solúvel e prontamente disponível ao meio. Após 265 dias não se observam diferenças significativas entre FI e FIII, e entre FII e FR, e as maiores concentrações de Cd são observadas na FIII, oxidável e pouco disponível e, na FI, solúvel; embora estas concentrações estejam abaixo do limite estabelecido pela CETESB, é desejável um estudo sistêmico para avaliar o impacto que aplicações sucessivas de composto causariam ao meio.

A Figura 14 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 13 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

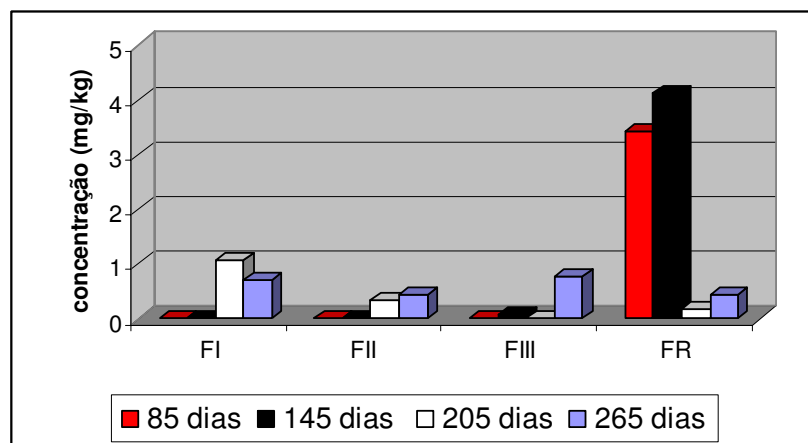


Figura 14: Distribuição do Cd nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Cobalto (Co):

A Figura 15 mostra que em casa de vegetação, até 145 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI e FIII, estando as maiores concentrações de Co na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 dias não se observa diferença significativa entre as frações FII e residual, e entre FI e FIII, sendo as maiores concentrações de Co observadas na FII, que pode vir a se disponibilizar para o meio. Após 265 dias, as maiores concentrações de Cd estão na FII, redutível, porém estas concentrações estão abaixo do limite estabelecido pela CETESB, e, portanto, não representam risco de contaminação ambiental até o período estudado.

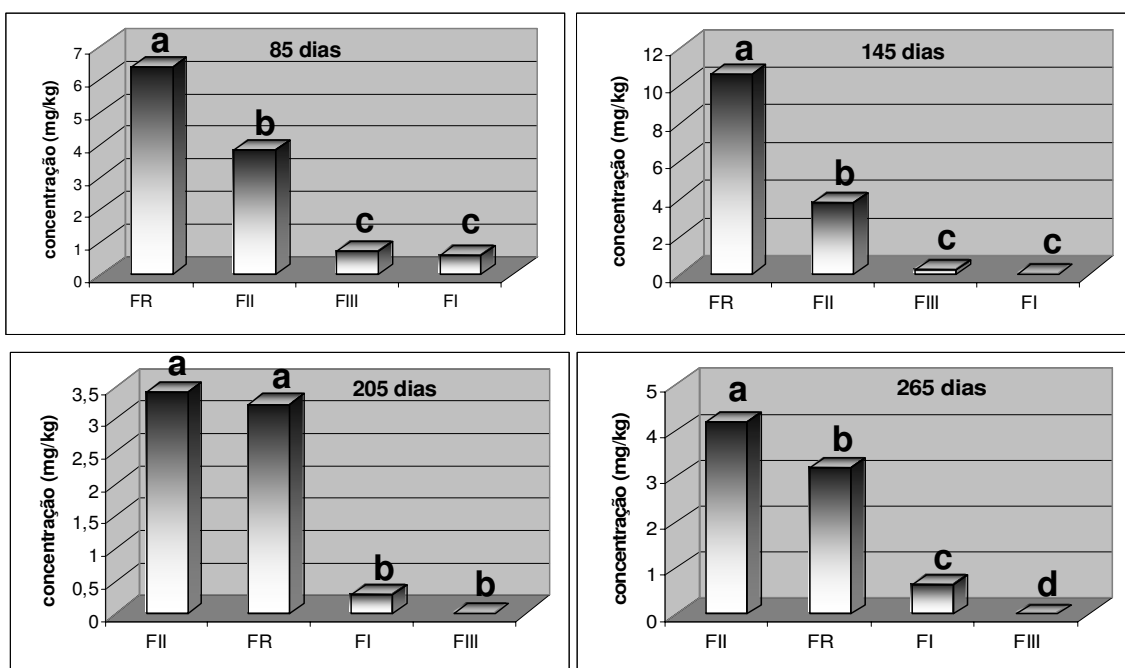


Figura 15: Distribuição do Co nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 16 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 15 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

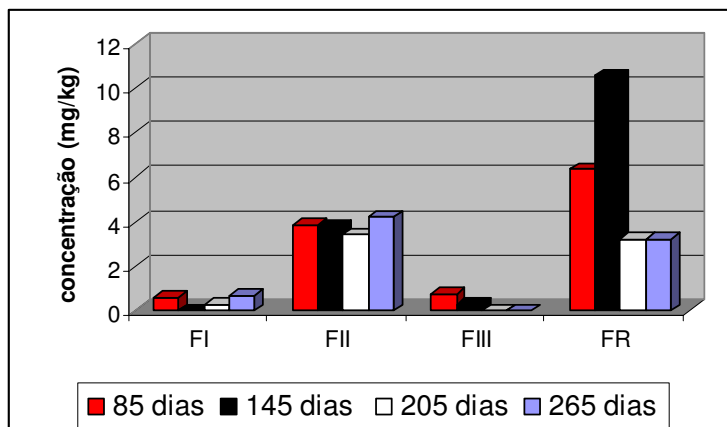


Figura 16: Distribuição do Co nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Crômio (Cr):

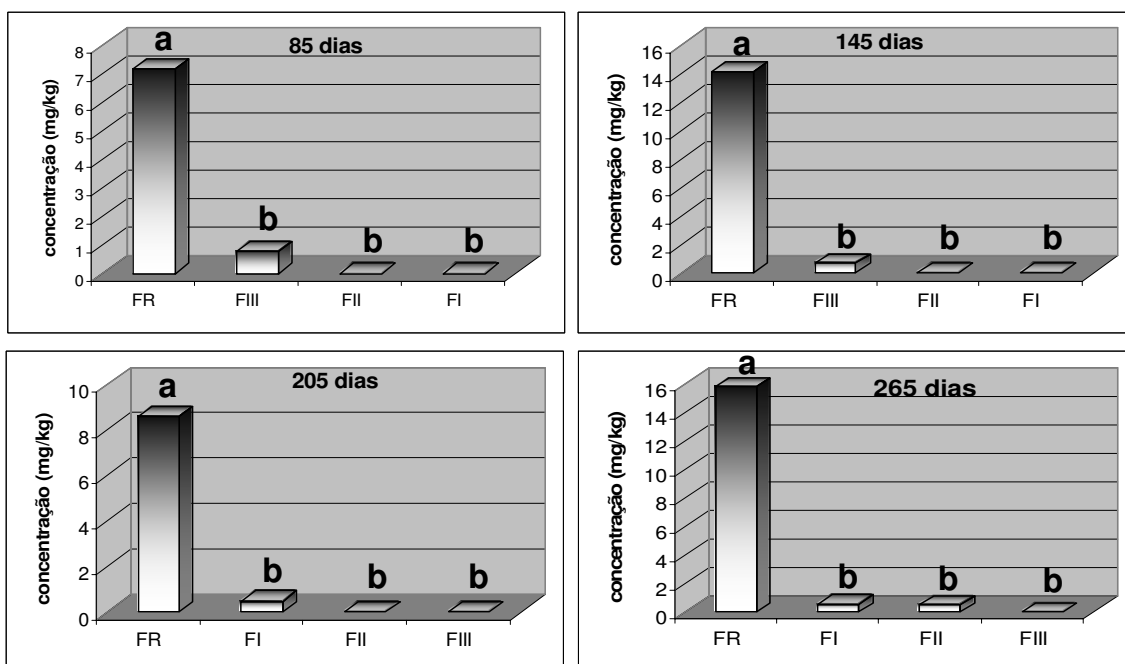


Figura 17: Distribuição do Cr nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 17 mostra que em casa de vegetação, até 265 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cr observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio.

A Figura 18 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 17 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

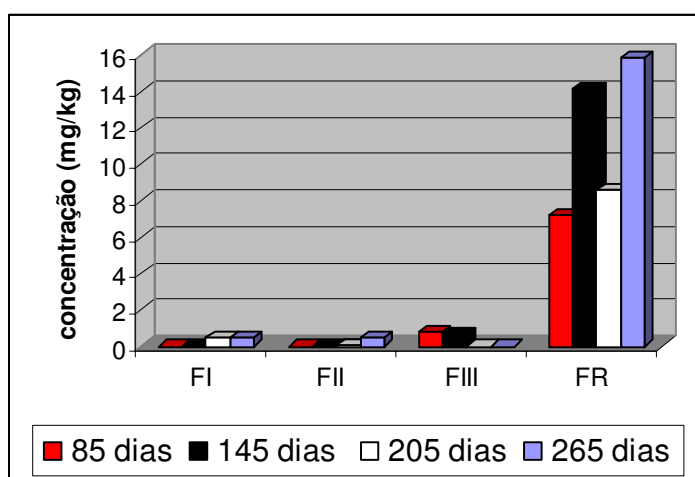


Figura 18: Distribuição do Cr nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Cobre (Cu):

A Figura 19 mostra que em casa de vegetação, após 85 dias, não houve diferença significativa entre FI, FII e FIII e que até 145 dias, as frações FI e FII não diferiram significativamente entre si, e determinaram-se maiores concentrações de Cu na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 e 265 dias não se observou diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cu observadas na fração residual, indisponível.

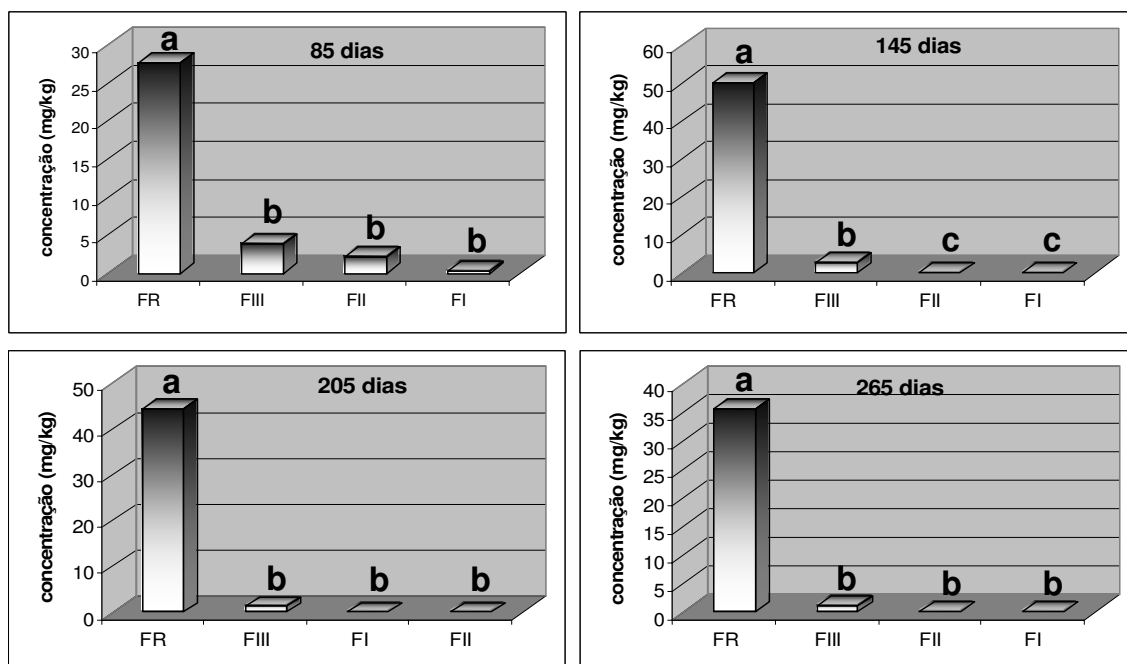


Figura 19: Distribuição do Cu nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 20 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 19 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

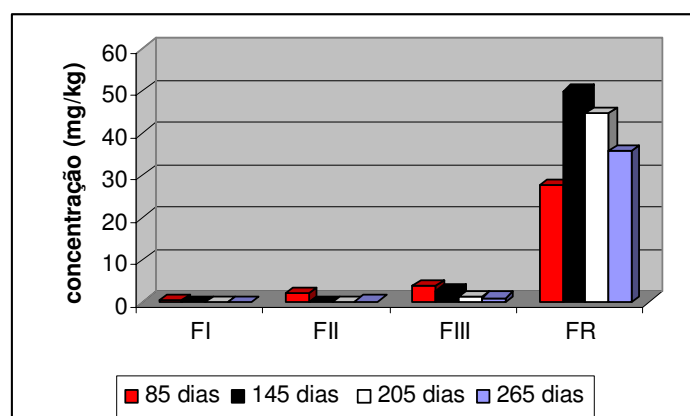


Figura 20: Distribuição do Cu nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Manganês (Mn):

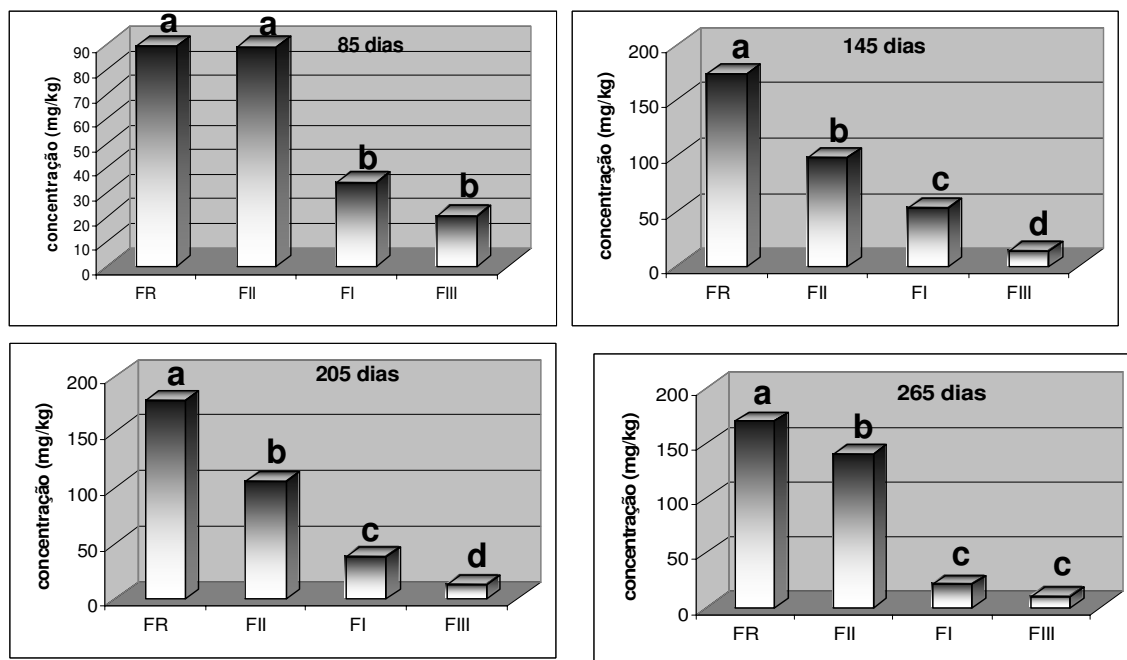


Figura 21: Distribuição do Mn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 21 mostra que em casa de vegetação, até 85 dias, não houve diferença significativa entre as frações FII e residual, e entre FI e FIII, e observaram-se maiores concentrações de Mn na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio e na FII, que pode vir a se disponibilizar, no entanto, o Mn é um micronutriente que nas concentrações determinadas não oferecem risco de contaminação. Após 145 e 205 dias observaram-se diferenças significativas entre todas as frações, sendo as maiores concentrações de Mn observadas na fração residual, indisponível. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e FIII. As maiores concentrações de Mn são observadas na fração residual, indisponível e na FII.

A Figura 22 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 21 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

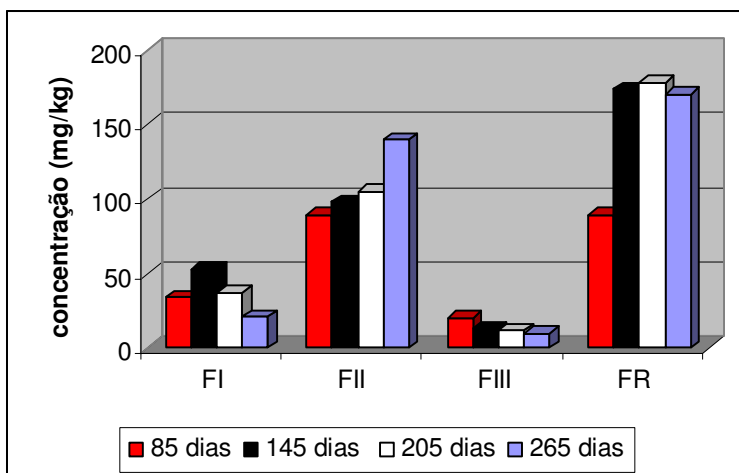


Figura 22: Distribuição do Mn nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Níquel (Ni):

A Figura 23 mostra que em casa de vegetação, até 145 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 dias, não houve diferença significativa entre as frações FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e FII e os maiores teores de Ni foram determinados na fração residual.

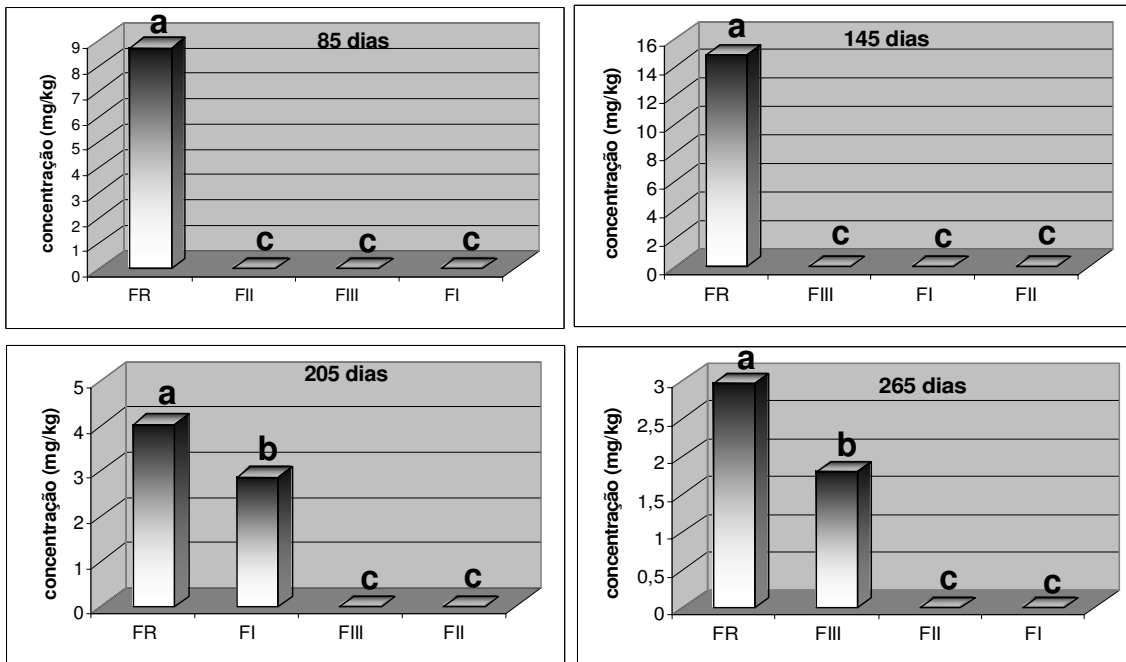


Figura 23: Distribuição do Ni nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 24 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 23 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

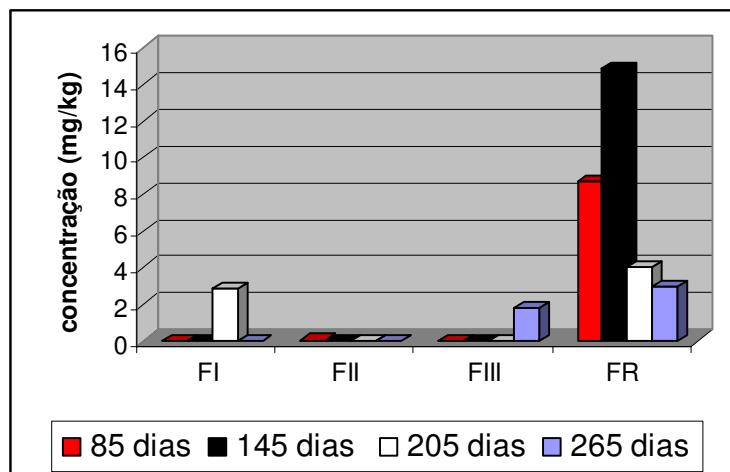


Figura 24: Distribuição do Ni nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Chumbo (Pb):

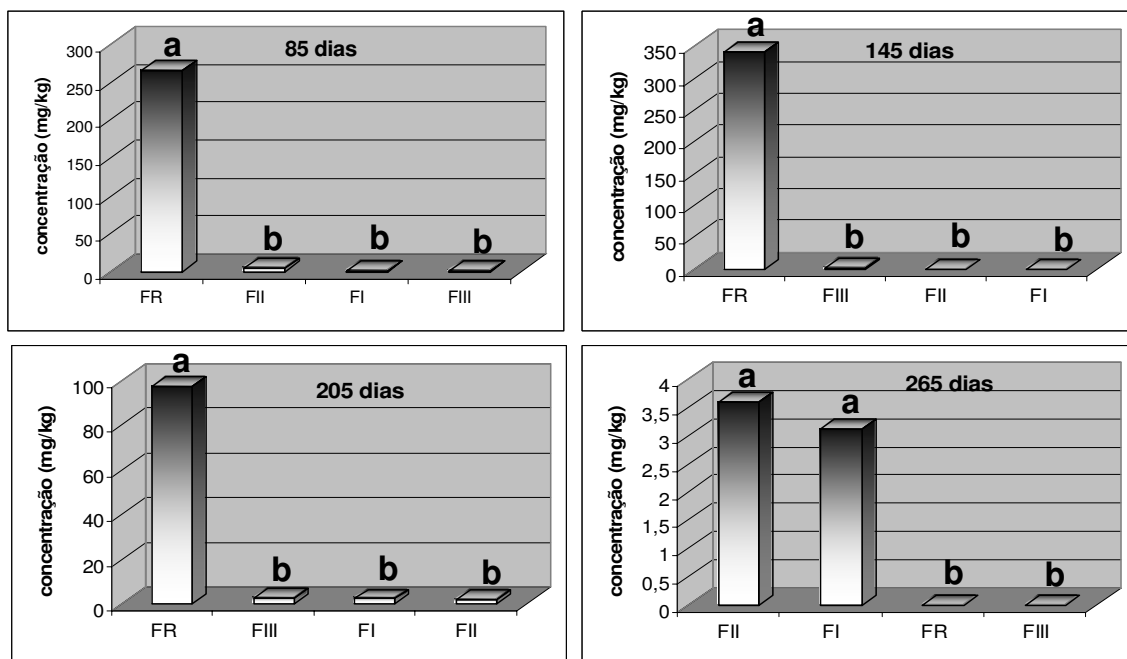


Figura 25: Distribuição do Pb nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 25 mostra que em casa de vegetação, até 205 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Pb observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e FII, e entre FIII e residual. As maiores concentrações de Pb são observadas nas frações potencialmente mais disponíveis, FI e FII, porém em concentrações que não representam risco de contaminação ambiental.

A Figura 26 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 25 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

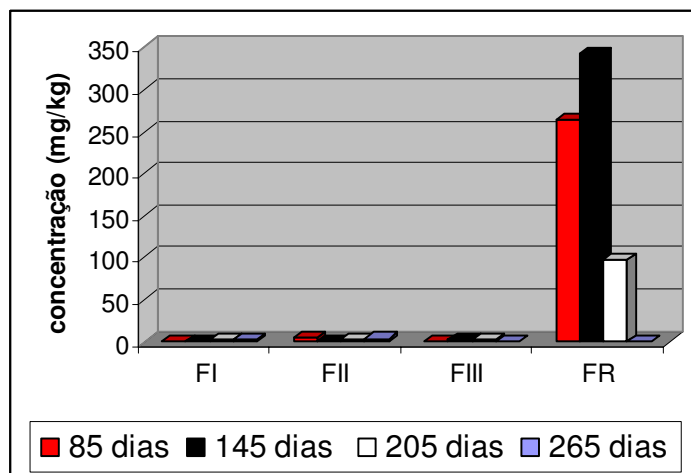


Figura 26: Distribuição do Pb nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

. Zinco (Zn):

A Figura 27 mostra que em casa de vegetação, até 265 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI e FII, sendo as maiores concentrações de Zn observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio.

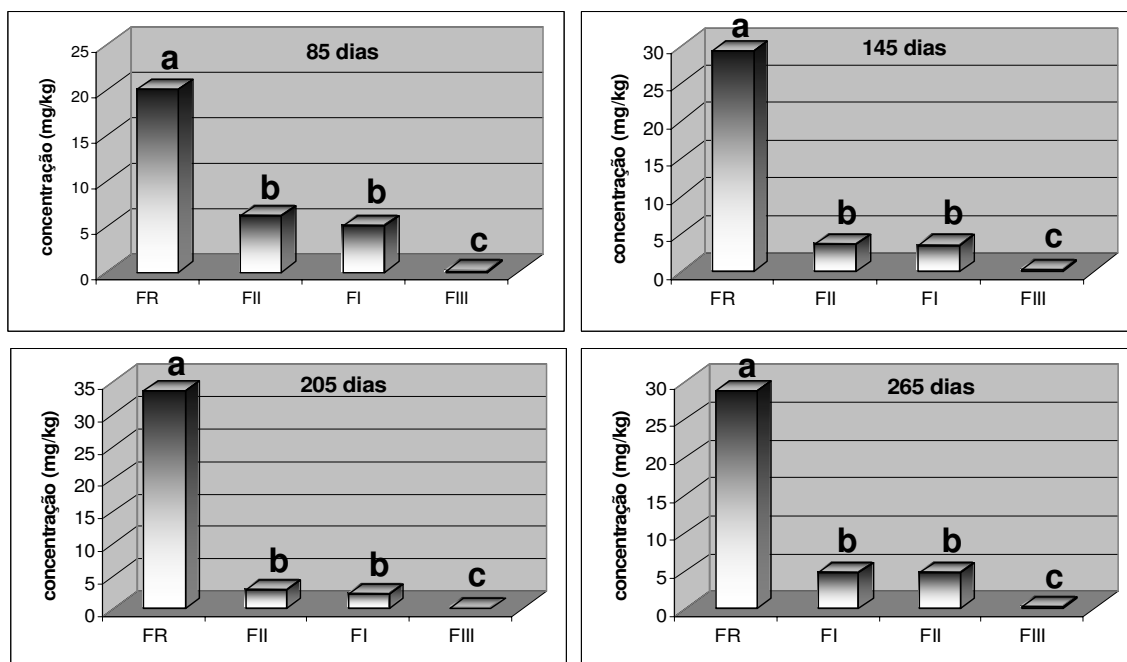


Figura 27: Distribuição do Zn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em casa de vegetação. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 28 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 27 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

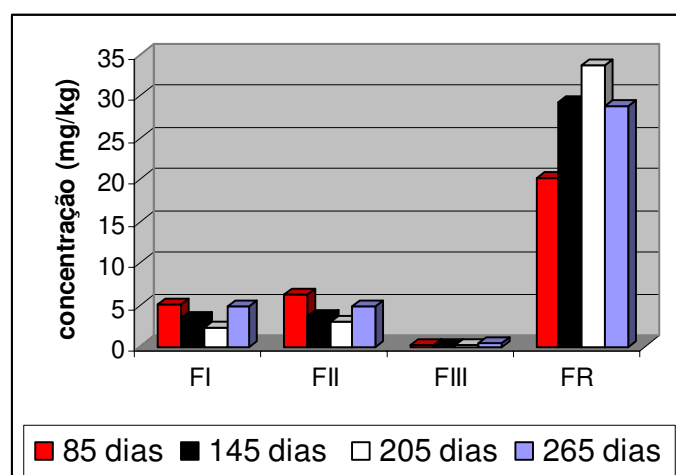


Figura 28: Distribuição do Zn nas médias das frações ao longo do tempo em casa de vegetação.

6.5.2 – Experimento conduzido em estufa incubadora

A seguir estão apresentadas as figuras que contêm os resultados do teste estatístico de Tukey para as médias das frações para cada metal estudado nos diferentes tempos de incorporação do composto ao solo em estufa incubadora utilizando o programa computacional SANEST®.

. Cádmio (Cd):

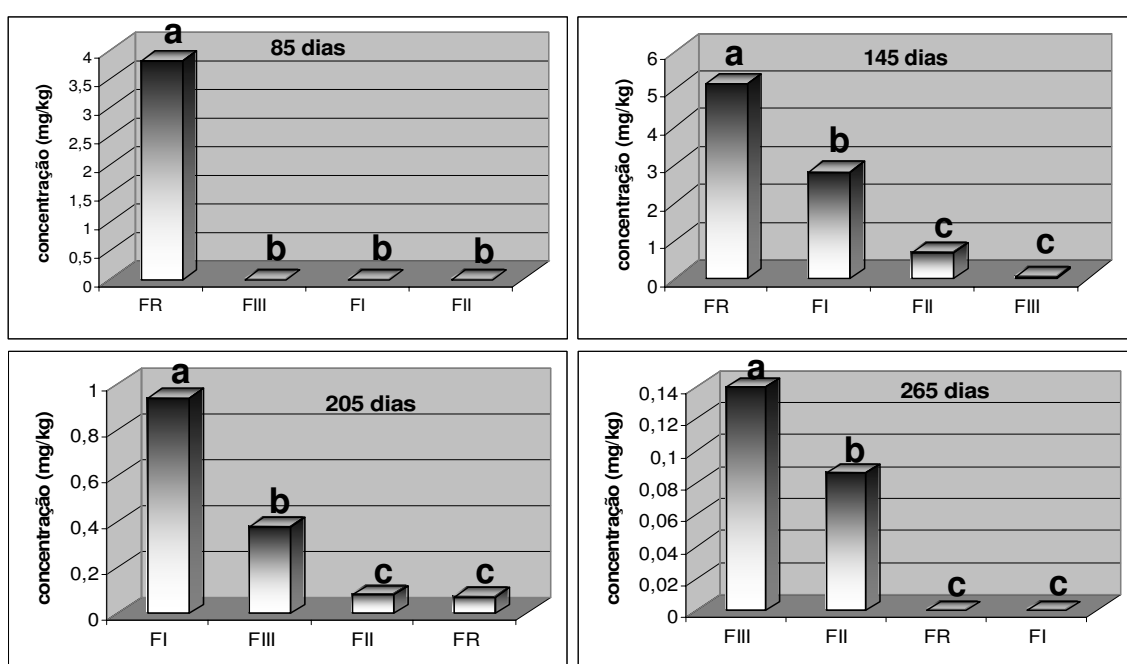


Figura 29: Distribuição do Cd nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 29 mostra que em incubadora, até 85 dias não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, e são observadas maiores concentrações de Cd na fração residual, indisponível. Após 145 dias, não houve diferença significativa entre as frações FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cd observadas na fração residual, no entanto os teores determinados na FI, solúvel e disponível ao meio, representam risco de contaminação, pois a concentração está acima do valor de prevenção estabelecido pela

CETESB. Após 205 dias não se observa diferença significativa entre as frações FII e residual, sendo as maiores concentrações de Cd observadas na FI, solúvel, em concentração próxima ao valor de prevenção da CETESB. Após 265 dias não se observam diferenças significativas entre FI e FR.

A Figura 30 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 29 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

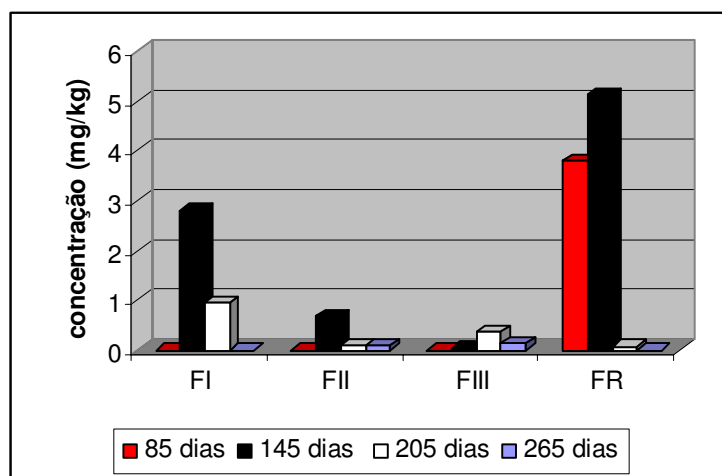


Figura 30: Distribuição do Cd nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Cobalto (Co):

A Figura 31 mostra que em BOD, até 145 dias, houve diferença significativa entre todas as frações, estando as maiores concentrações de Co nas frações FII e FR. Após 205 dias não se observa diferença significativa entre as frações FII e residual, e entre FI e FIII. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações residual e FIII, e as maiores concentrações de Cd estão na FII, redutível, porém estas concentrações estão abaixo dos limites estabelecidos pela CETESB.

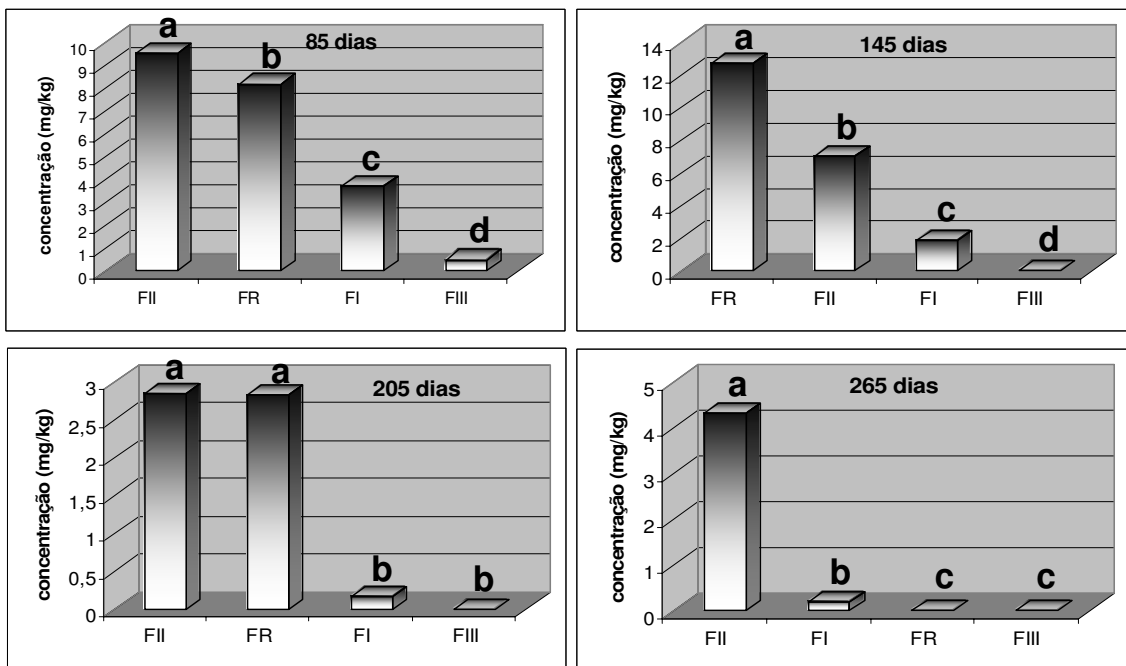


Figura 31: Distribuição do Co nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 32 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 31 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

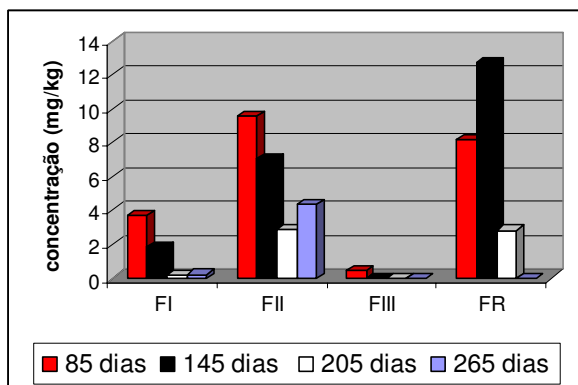


Figura 32: Distribuição do Co nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Crômio (Cr):

A Figura 33 mostra que em BOD, após 85 dias, não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cr observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 145 dias não houve diferença significativa entre as frações residual e FI, e entre FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cr observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio e na FI, disponível, porém em concentrações que não representam risco de contaminação. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII, sendo as maiores concentrações de Cr observadas na fração residual.

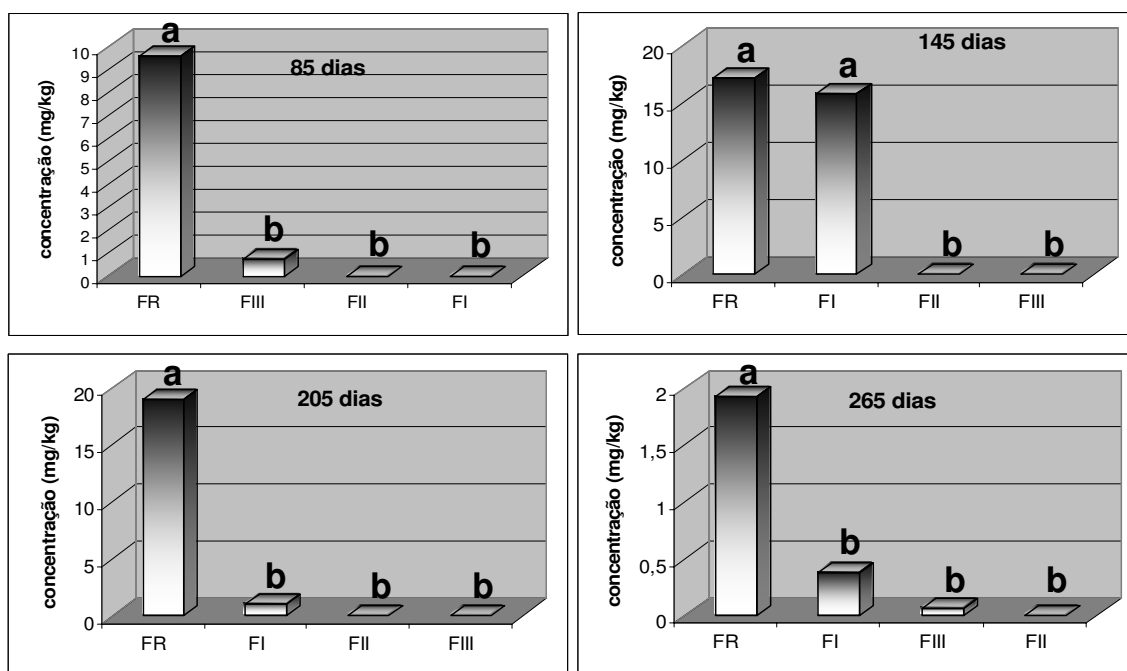


Figura 33: Distribuição do Cr nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 34 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 33 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

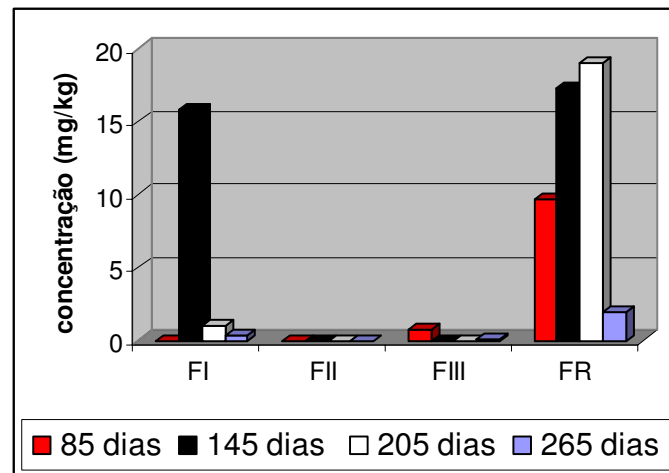


Figura 34: Distribuição do Cr nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Cobre (Cu):

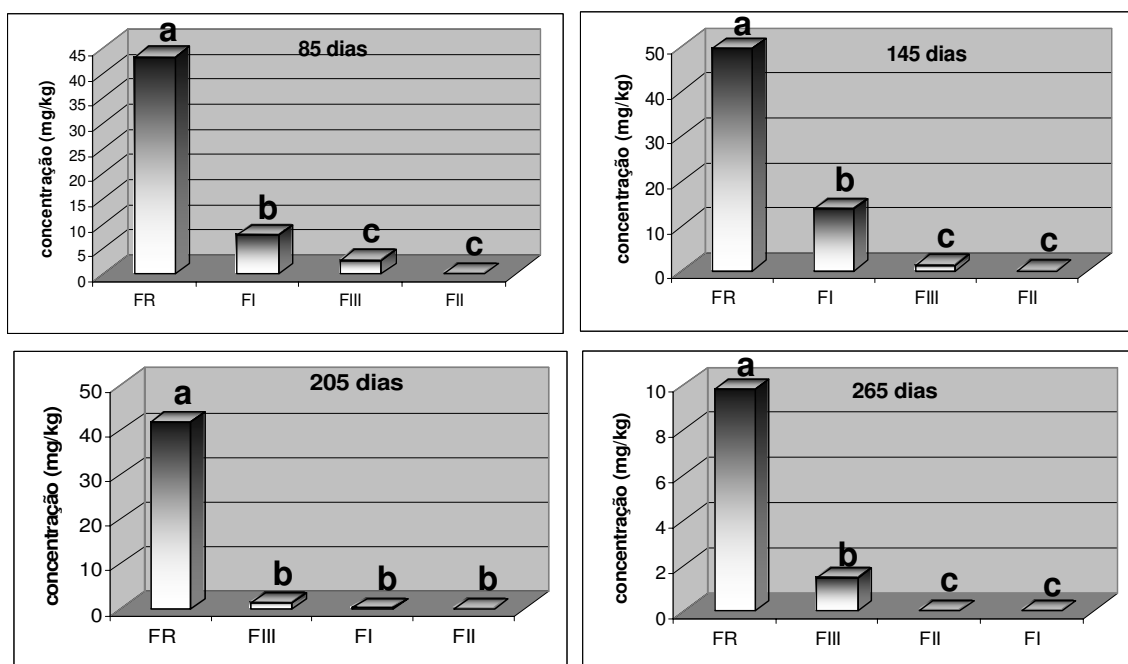


Figura 35: Distribuição do Cu nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 35 mostra que em BOD, após 145 dias, não houve diferença significativa entre as frações FII e FIII, e observam-se maiores concentrações de Cu na fração residual,

insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 dias não houve diferença significativa entre as frações FI, FII, FIII e observam-se maiores concentrações de Cu na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e FII, e observam-se maiores concentrações de Cu na fração residual.

A Figura 36 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 35 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

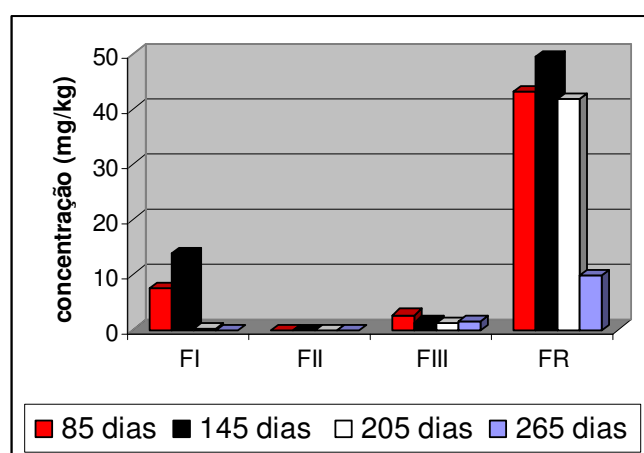


Figura 36: Distribuição do Cu nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Manganês (Mn):

A Figura 37 mostra que após 85 dias, não houve diferença significativa entre FI e FII, e observaram-se maiores concentrações de Mn nestas frações mais disponíveis, no entanto trata-se de um micronutriente em teores que não oferecem risco de contaminação. Após 205 dias observam-se diferenças significativas entre todas as frações, sendo as maiores concentrações de Mn observadas na FII e FR. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e residual.

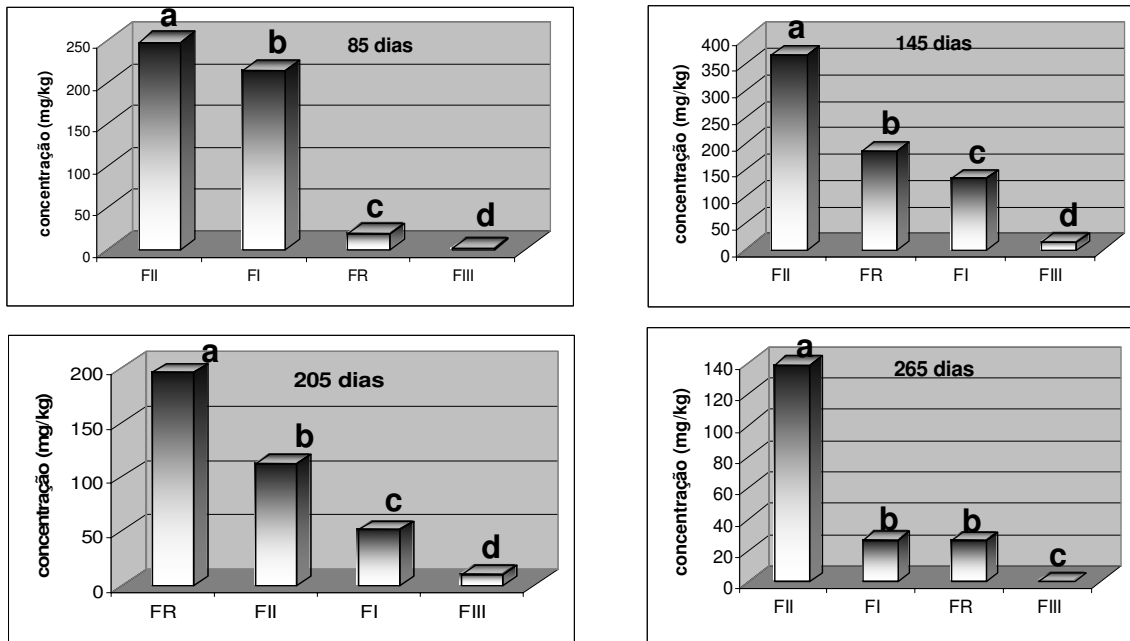


Figura 37: Distribuição do Mn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 38 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 37 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

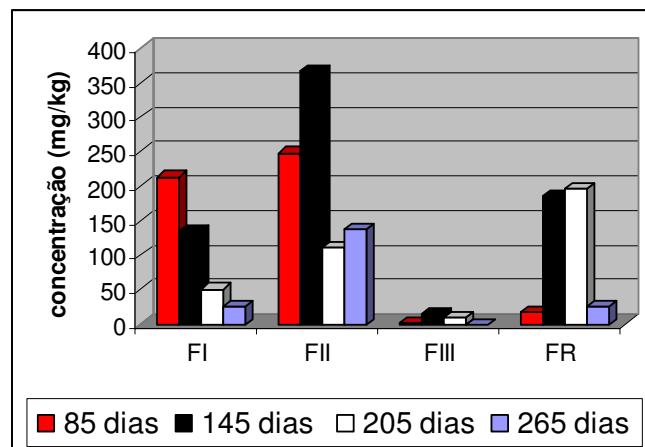


Figura 38: Distribuição do Mn nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Níquel (Ni):

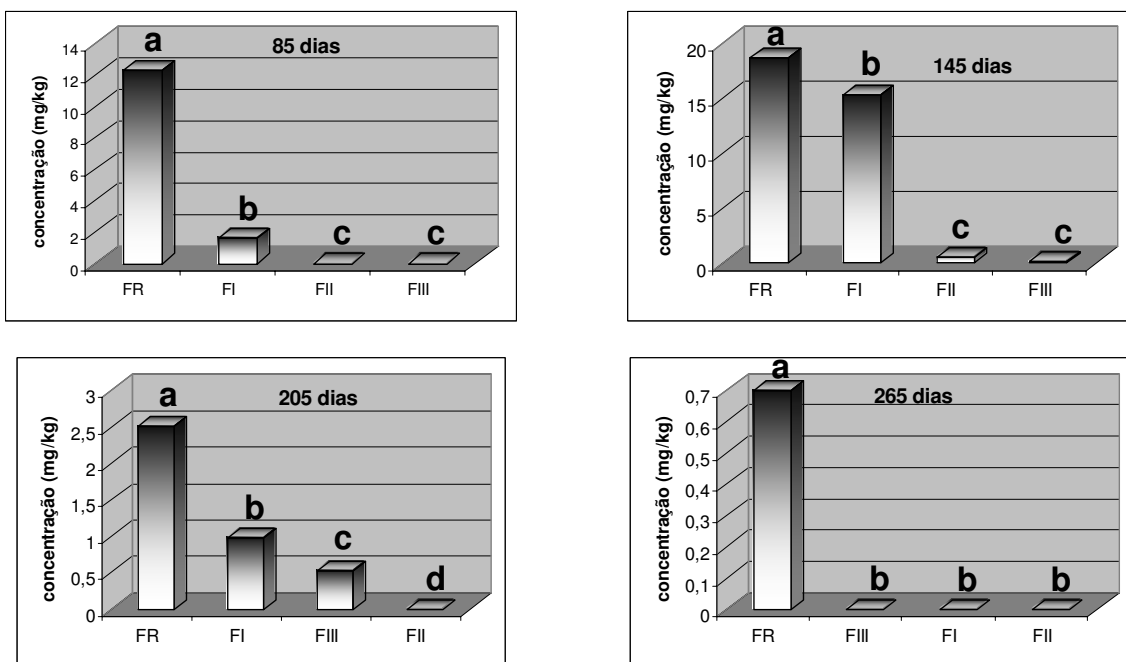


Figura 39: Distribuição do Ni nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 39 mostra que em incubadora, após 145 dias, as frações FII e FIII não diferem entre si pelo teste de Tukey, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual. Após 205 dias, houve diferença significativa entre todas as frações, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI, FII e FIII.

A Figura 40 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 39 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

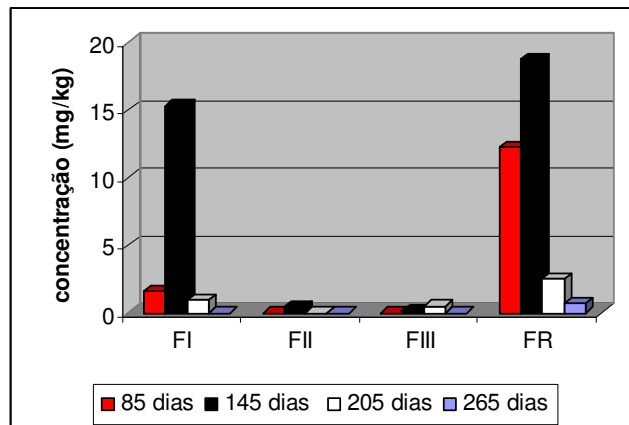


Figura 40: Distribuição do Ni nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Chumbo (Pb):

A Figura 41 mostra que em incubadora, após 85 dias, as frações FI, FII e FIII não diferiram entre si pelo teste de Tukey, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio. Após 205 dias as frações FII e FIII não diferiram entre si pelo teste de Tukey, sendo as maiores concentrações de Ni observadas na fração residual. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI, FIII e residual e os maiores teores de Pb foram determinados na fração II, porém em concentrações que não representam risco de contaminação.

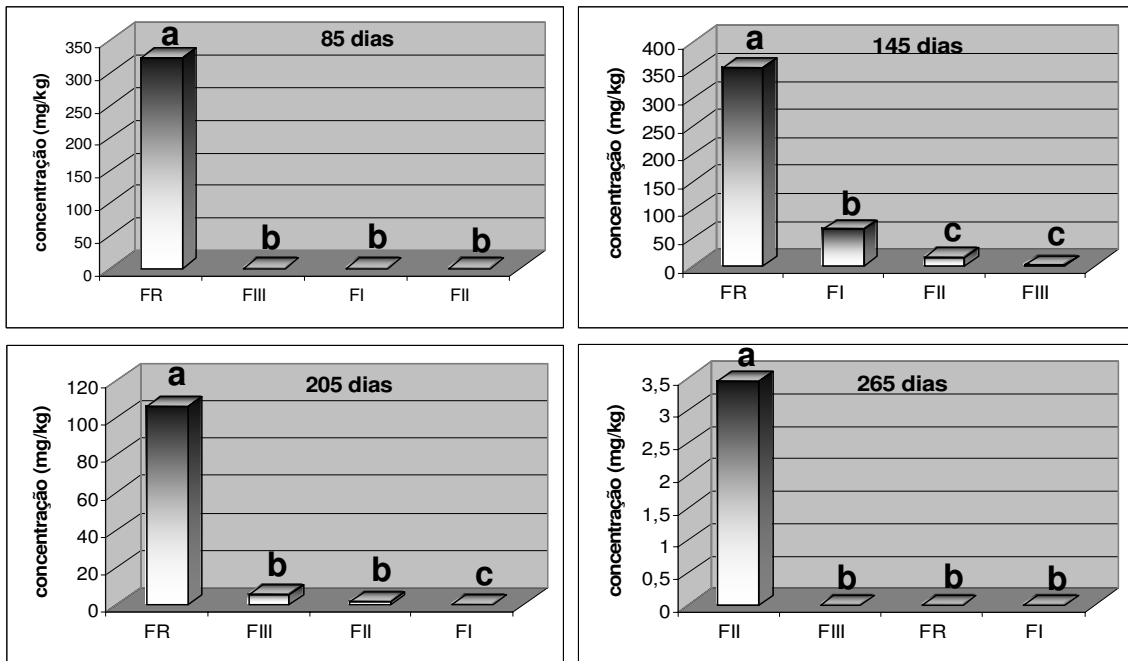


Figura 41: Distribuição do Pb nas médias das frações: FI (solúvel); FII (redutível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 42 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 41 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

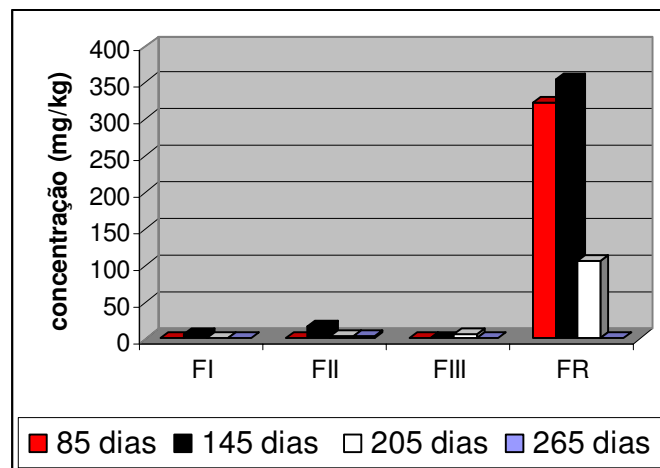


Figura 42: Distribuição do Pb nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

. Zinco (Zn):

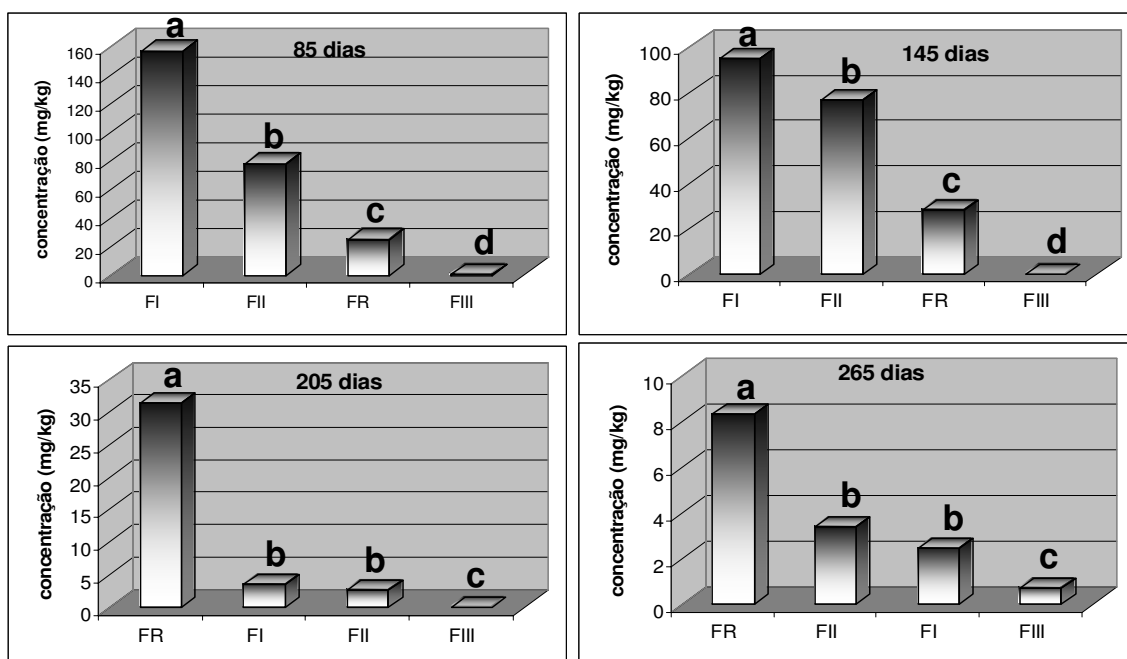


Figura 43: Distribuição do Zn nas médias das frações: FI (solúvel); FII (reduzível); FIII (oxidável) e FR (residual) ao longo do tempo em BOD. (médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de tukey a 5% de probabilidade).

A Figura 43 mostra que em BOD, após 145 dias, houve diferença significativa entre todas as frações, sendo as maiores concentrações de Zn observadas nas frações potencialmente mais disponíveis, FI e FII, porém trata-se de um micronutriente que nas concentrações determinadas não representam risco de contaminação. Após 265 dias não houve diferença significativa entre as frações FI e FII, sendo a maior concentração de Zn observada na fração residual, insolúvel e indisponível ao meio.

A Figura 44 é uma compilação dos resultados apresentados na Figura 43 para facilitar a visualização dos dados obtidos.

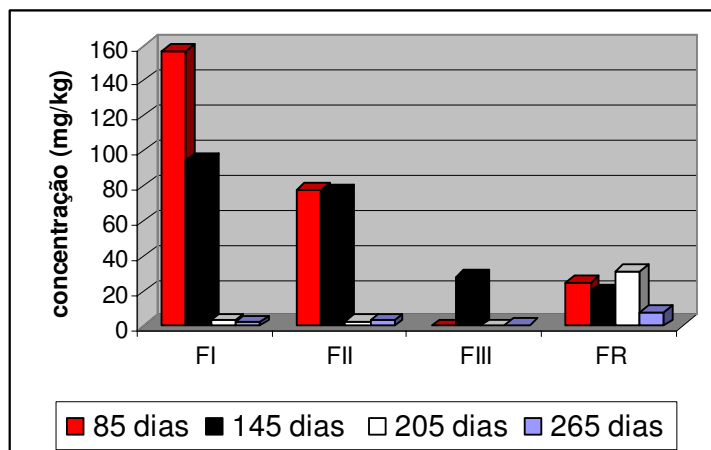


Figura 44: Distribuição do Zn nas médias das frações ao longo do tempo em BOD.

7. CONCLUSÕES

A adição de composto representou uma melhora nos parâmetros de fertilidade do solo, tais como, aumento de mais de 100% na CTC e $V\%$, 31% no valor do pH e 35% no teor de matéria orgânica do solo.

Pode-se dizer que em casa de vegetação, o composto, do ponto de vista da concentração de metais impactantes, é aplicável ao solo para fins agrícolas, pois não se observa metais em concentrações acima dos limites estipulados pela CETESB em frações disponíveis para as plantas ou passíveis de serem lixiviadas, ao longo de todo o tempo de observação (265 dias). No entanto, devido à existência de culturas de curto período, como as hortaliças, por exemplo, ocorrem aplicações sucessivas de aditivos aos solos. Assim sendo, urge a realização de estudos sistemáticos quanto a aplicações sucessivas do composto ao solo a fim de verificar seu real impacto sobre o meio ambiente e efetiva incorporação pela planta.

Pode-se dizer que em BOD, o composto, do ponto de vista da concentração de metais impactantes, não é aplicável ao solo para fins agrícolas, pois se observou disponibilização de Cd em concentrações iguais ao valor de intervenção estipulados pela CETESB em frações disponíveis para as plantas e passíveis de serem lixiviadas representando riscos de contaminação. Além disso, embora em concentrações inferiores aos limites da CETESB, na incubadora determinaram-se concentrações expressivas de Cr, Cu, Co, Ni e Zn nas frações potencialmente disponíveis, requerendo um estudo mais detalhado quanto ao impacto de aplicações sucessivas ao solo.

O sistema BOD (30⁰C) representa as condições ambientais naturais de muitas regiões do Brasil, por isso este estudo é relevante, pois fornece informações sobre a influência da temperatura na disponibilização de metais impactantes para o meio, conhecimento que pode ser importante antes da aplicação do composto com fins agrícolas, por exemplo, numa região como a Nordeste (onde não se observam variações significativas de temperatura, como em BOD), podemos esperar que o composto aplicado apresente um comportamento diferente do observado na região Sudeste em condições naturais, onde se observam durante o dia e durante o ano oscilações consideráveis de temperatura.

Neste estudo, as diferenças entre os diversos tratamentos não foi significativa na disponibilização dos metais.

8. TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista os resultados obtidos neste trabalho, recomenda-se um estudo sistemático dos efeitos de aplicações sucessivas do composto ao solo. Além disso, novos estudos devem ser realizados, visando à aquisição de conhecimentos mais abrangentes sobre o comportamento dos metais no solo, nas plantas, no sistema solo-planta e seus

efeitos fitotóxicos. Sugere-se que sejam investigados a fitotoxicidade dos metais e o efeito condicionador ou fertilizante do composto de resíduos sólidos urbanos, utilizando o solo como substrato para o cultivo de plantas. Além disso, sugere-se que seja feita a avaliação dos contaminantes orgânicos presentes no composto de resíduos sólidos urbanos.

9. REFERÊNCIAS

- ABREU, C. A.; RAIJ, B. V.; SANTOS, W. R. Comparação de métodos de análise para avaliar a disponibilidade de metais pesados em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.19, p. 463-468, 1995.
- ANDRADE, C. A. ; MATTIAZZO, M. E. Nitratos e metais pesados no solo e nas árvores após aplicação de biossólido (lodo de esgoto) em plantações florestais de *Eucalyptus grandis*. **Scientia Florestalis**, v.58, p.59-72, 2000.
- ANDREOLI, C. V.; LARA, A. I.; FERNANDES, F. **Reciclagem de biossólidos: transformando problemas em soluções**. 2.ed. Curitiba: Sanepar: Finep, 2001. 288 p.
- ANJOS, A. R. M.; MATTIAZZO, M. E. Extratores para Cd, Cu, Cr, Mn, Ni, Pb e Zn em Latossolos tratados com biossólidos e cultivados com milho. **Scientia Agricola**, v. 58, p. 337-344, 2001.
- BANZATTO, D. A.; KRONKA, S. **Experimentação agrícola**. 2.ed. Jaboticabal: FUNEP, 1992.
- BARROS, M. C. P.; PAULA, J. R.; REZENDE, M. O. O. Caracterização físico-química do ácido húmico de solo da ilha de Cananéia e de sua interação com Fe (III), Cu (II) e Cd (II). **Química Nova**, v.17, n. 5, p. 376-380, 1994.
- BERTON, R. S. Riscos de contaminação do agroecossistema com metais pesados. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. (Ed.). **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000. p. 259-268.
- BERTONCINI, E. I. Comportamento de Cd, Cr, Cu, Ni e Zn em Latossolos sucessivamente tratados com biossólido: extração seqüencial, fitodisponibilidade e caracterização de substâncias húmicas. 2002. 195 f. Tese (Doutorado em Agronomia) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2002.
- BRADL, H. B. Adsorption of heavy metal ions on soils and soils constituents. **Journal of Colloid Interface Science**, v. 277, p. 1-18, 2004.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Estabelece os procedimentos e responsabilidades relativos ao controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade, e dá outras providências. **Portaria nº 518**, 25 de março de 2004. Disponível em: <http://www.agencia.pb.gov.br/arq/portarian_518mar2004.doc>. Acesso em: 25 nov. 2006

CANET, R.; POMARES, F.; TARAZONA, F. Chemical extractability and availability of heavy metals after seven years application of organic wastes to a citrus soil. **Soil Use and Management**, v.13, p. 117-121, 1997.

CARDOSO, L. M. N.; CHASIN, A. A. M.. **Ecotoxicologia do cádmio e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v.6).

COLLIER, L. S.; AMARAL SOBRINHO N. M. B.; MAZUR N.; VELLOSO A. C. X. Efeito do composto de resíduo sólido urbano no teor de metais pesados em solo e goiabeira. **Brangantia**, v. 63, n. 3, p. 415-420, 2004.

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL. Dispõe sobre a aprovação dos valores orientadores para solos e águas subterrâneas no Estado de São Paulo – 2005, em substituição aos Valores Orientadores de 2001, e dá outras providências. **Decisão de Diretoria nº. 195-2005-E**, de 23 de novembro de 2005. Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br/Solo/relatorios.asp>>. Acesso em: 19 nov. 2006.

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL. **Relatório de estabelecimento de valores orientadores para solos e águas subterrâneas no Estado de São Paulo**. São Paulo, 2001. 245 p.

CRAVO, M. S.; MURAOKA, T.; GUINE, M. F. Caracterização química de compostos de lixo urbano de algumas usinas brasileiras. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 22, p. 547-556, 1998.

D'ALMEIDA, M. L. O.; VILHENA, A. A. **Lixo municipal**: manual de gerenciamento integrado. São Paulo: IPT, 2000.

DAVIDSON, C. M.; FERREIRA, P. C. S.; URE, A. M. Some sources of variability in application of the three-stage sequential extraction procedure recommended by BCR to industrially-contaminated soil. **Fresenius Journal Analytical Chemistry**, v. 363, n. 5, p. 446-451, 1999.

EPSTEIN, E.; TAYLOR, J. M.; CHANEY, R. L. Effects of sewage sludge and sludge compost applied to soil physical and chemical properties. **Journal of Environmental Quality**, v. 5, n. 4, p. 422-426, 1976.

ESPÍRITO SANTO, A. A. **Técnicas de aplicação de composto orgânico, proveniente de resíduos urbanos, no beneficiamento de solos**. 2001. 48 f. Monografia (Bacharelado em Ciências Biológicas) - Instituto de Biologia, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2001.

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **40 CFR Part 503 final rules**: standards for the use of sewage sludge. Washington, 1993. p. 9387-9415. (Federal Register, 58).

FADIGAS, F. S.; AMARAL SOBRINHO, N. M. B.; MAZUR, N.; ANJOS, L. H. C.; FREIXO, A. A. Concentrações naturais de metais pesados em algumas classes de solos brasileiros. **Brangantia**, v. 61, n. 2, p. 151-159, 2002.

GENNARI, R. **Estudo dos mecanismos de emissão da fonte de plasma de argônio induzido**. 1996. 82 f. Tese (Doutorado em Química) - Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.

GOMES, P. C. ; FONTES, M. P. F. ; COSTA, L. M. ; MENDONÇA, E. S. Extração fracionada de metais pesados em latossolo vermelho-amarelo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 21, p. 543-551, 1997.

GOMES, F. P. **Curso de estatística experimental**. 7.ed. Piracicaba: Nobel, 1977.

GROSSI, M. G. **Avaliação da qualidade dos produtos obtidos de usinas de compostagem brasileiras de lixo doméstico através da determinação de metais pesados e substâncias orgânicas tóxicas**. 1993. 224 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Faculdade de Saúde Pública, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY. Nomenclature, symbols, units and their usage in spectrochemical analysis-II. Data interpretation. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 33, p. 242-258, 1978.

JEEVAN RAO, K.; SHANTARAM, M. V. Effect of urban solid wastes on dry matter yield, uptake of micronutrients and heavy metals by maize plants. **Journal of Environmental Biology**, v.17, n.1, p.25-32, 1996.

LI, X.; LEE, S.; WONG, S.; SHI, W.; THORNTON, I. The study of metal contamination in urban soils of Hong Kong using a GIS-based approach. **Environmental Pollution**, v. 129, p. 113-124, 2004.

LIMA, I. V.; PEDROZO, M. **Ecotoxicologia do ferro e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v. 4).

LIMA, J. S. Caracterização física dos resíduos sólidos urbanos domiciliares no município de Camaçari (BA) visando a compostagem. **Revista Baiana de Tecnologia**, v. 16, p. 56-59, 2002.

LINDSAY, W. L.; NORWELL, W. A. Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of America Journal**, v. 42, p. 421-428, 1978.

KIEHL, E. J. **Manual de compostagem: maturação e qualidade do composto**. Piracicaba: Degaspari, 1998. 171 p.

KORCAK, R. F.; FANNING, D. S. Availability of applied heavy metals as a function of type of soil material and metal source. **Soil Science**, v. 140, p. 23-35, 1985.

MALAVOLTA, E. **Manual de química agrícola, nutrição de plantas e fertilidade do solo**. 2.ed. São Paulo: Agronômica Ceres, 1976.

MANN, S. S.; RITCHIE, G. S. P. The influence of pH on the forms of cadmium in four west Australian soils. **Australian Journal of Soil Research**, v. 14, p. 255-270, 1993.

MARSCHNER, H. **Mineral nutrition of higher plants**. London: Academic, 1995. 889 p.

MARTINS, I.; LIMA, I. V. **Ecotoxicologia do manganês e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v.7).

MATTIAZZO, M. E.; BERTON, R. S.; CRUZ, M. C. P. Disponibilidade e avaliação de metais pesados potencialmente tóxicos. In: FERREIRA, M. E. (Ed.). **Micronutrientes e elementos tóxicos na agricultura**. Jaboticabal: Potafos, 2001. 599 p.

MAZUR, N. **Níquel, chumbo, zinco e cobre em solos que receberam composto de resíduos sólidos urbanos**. 1997. 129 f. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) – Faculdade de Agronomia, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 1997.

MEHLICH, A. Mehlich 3 soil test extractant: a modification of Mehlich 2 extractant. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 15, p. 1409-1416, 1984.

MELLO, F. A. F. **Fertilidade do solo**. 3.ed. São Paulo: Nobel, 1987.

MERIAN, E. (Ed.). **Metals and their compounds in the environment**. New York: VCH, 1991.

MOURA, M. C. S.; LOPES, A. N. C. ; MOITA, G. C. ; MOITA NETO, J. M. Estudo multivariado de solos urbanos da cidade de Teresina. **Química Nova**, v. 29, p. 429-435, 2006.

NELSON, W. L.; MEHLICH, A.; WINTERS, E. The development, evaluation and use of soil test for phosphorus availability. **Agronomy**, v .4, p. 153-188, 1953.

NOVAES JÚNIOR, A. V. **Inventário estadual de resíduos sólidos domiciliares**. São Paulo: CETESB, 2004. 114 p.

OLIVEIRA, F. C. **Disposição de lodo de esgoto e composto de lixo urbano num latossolo vermelho amarelo cultivado com cana-de-açúcar**. 2000. 247 f. Tese (Doutorado em Agronomia) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2000.

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 Agrícola**, v. 58, p. 807-812, 2001.

- OLIVEIRA, F. C.; MATTIAZZO, M. E.; MARCIANO, C. R.; ABREU JUNIOR, C. H. Movimentação de metais pesados em latossolo adubado com composto de lixo urbano. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 37, n. 12, p. 1787-1793, 2002.
- OLIVEIRA, S. C. Estudos sobre métodos de compostagem de resíduos sólidos urbanos grau de maturação e qualidade do composto. 2001. 119 f. Tese (Doutorado em Química) - Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2001.
- OLIVEIRA, T. S. **Metais pesados como indicadores de materiais de origem de solos**. 1996. 128 f. Tese (Doutorado Fitotecnia) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 1996.
- PAOLIELLO, M. M. B.; CHASIN, A. A. M. **Ecotoxicologia do chumbo e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v. 3).
- PASSOS, J. A. L. **Avaliação da transferência de metais pesados no sistema solo-planta e o seu desenvolvimento**: estudo de caso do lodo da cetrel. 2004. 115 f. Dissertação (Mestrado em gerenciamento e tecnologias ambientais no processo produtivo) – Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2004.
- PEDROZO, M. de F. M.; LIMA, I. V. de. **Ecotoxicologia do cobre e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v. 2).
- PETIT, M. D.; RUCANDIO, M. I. Sequential extractions for determination of cadmium distribution in coal fly ash, soil and sediment samples. **Analytica Chimica Acta**, v. 401, n. 1, p. 283-291, 1999.
- PIGOZZO, A. T. J.; GOBBI, M. A.; SCAPIM, C. A.; LENZI, E.; LUCAS JUNIOR, J.; BREDA C. C. Disponibilidade de metais de transição no solo tratado com lodo de esgoto. **Acta Scientiarum: Agronomy**, v. 26, n. 4, p. 443-451, 2004.
- PIRES, A. M. M. P.; MATTIAZZO, M. E.; BERTON, R. S. Ácidos orgânicos como extratores de metais pesados fitodisponíveis em solo tratado com lodo de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 39, n. 7, p. 671-676, 2004.
- RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e adubação**. Piracicaba: Potafos, 1991.
- RAIJ, B. van; ANDRADE, J. C.; QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H. **Análise química para avaliação de fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2001. 285 p.
- RAIJ, B. van; QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H.; FERREIRA, M. E.; LOPES, A. S.; BATAGLIA, O. C. **Análise química de solo para fins de fertilidade**. Campinas: Fundação Cargill, 1987. 170 p

RAURET, G.; SANCHEZ, J. F. L.; SAHUQUILLO, A.; BARAHONA, E.; LACHICA, M.; URE, A. M.; DAVIDSON, C. M.; GOMEZ, A.; LUCK, D.; BACON, J.; YLI-HALLA, M.; MUNTAU, H.; QUEVAUVILLER, P. H. Application of a modified BCR sequential extraction (three-step) procedure for the determination of extractable trace metal contents in a sewage sludge amended soil reference material (CRM 483), complemented by a three-year stability study of acetic acid and EDTA extractable metal content. **Journal of Environmental Monitoring**, v. 2, n. 3, p. 228-233, 2000.

ROSIAS, M. F. G. **Espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente. (ICP-AES)**. Piracicaba: CENA, 1998. 148 p. (Série Didática, v.3).

ROSS, S. M. **Toxic metals in soil-plant systems**. Chichester: John Willey & Sons, 1994. 469 p.

ROUSSEAUX, P. D. Estimativa da distribuição e dos teores dos metais pesados nas diversas frações dos resíduos urbanos no Brasil. **Bio**, v. 2, p. 57-60, 1989.

RUDD, T.; CAMPBELL, J. A.; LESTER, J. N. The use of model compounds to elucidate metal forms in sewage-sludge. **Environmental Pollution**, v. 50, n. 3, p. 225-242, 1988.

SANDERS, H. J. Nutrition & health. Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples: microwave-assisted total digestion versus aqua regia and nitric acid extraction. **Chemical & Engineering News**, v. 57, n. 13, p. 27-46, 1979.

SASTRE, J.; SAHUQUILLO, A.; VIDAL, M.; RAURET, G. Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples: microwave-assisted total digestion versus aqua regia and nitric acid extraction. **Analytica Chimica Acta**, v. 462, p. 59-72, 2002.

SHUMAN, L. M. Comparison of a chelate method with direct analysis for determining aluminum activity in subsoils. **Soil Science**, v. 159, n. 2, p. 122-128, 1995.

SILVA, C. S. da; PEDROZO, M. de F. M. **Ecotoxicologia do cromo e seus compostos**. Salvador: Centro de Recursos Ambientais, 2001. (Série Cadernos de Referência Ambiental do CRA, v.5).

SILVA, F. C.; BERTON, R. S.; CHITOLINA, J. C.; BALLESTERO, S. D. **Circular técnica-3: recomendações técnicas para o uso agrícola do composto de lixo urbano no estado de São Paulo**. Campinas: Embrapa Informática Agropecuária, 2002. 17 p.

SINGH, B. R.; STEINNES, E. Soil and water contamination by heavy metals. In: LAI, R.; STEWART, B. A. (Ed.). **Advances in soil science: soil process and water quality**. 3rd ed. Florida: Lewis, 1994. p. 233.

SOARES, F.; AMARAL SOBRINHO, N. M. B; MAZUR, N. Influência de diferentes manejos agrícolas na distribuição de metais pesados no solo e em plantas de tomate. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 26, p. 535-542, 2002.

SOUZA, J. C. **Uso de composto orgânico proveniente de lixo urbano selecionado como agente mitigador da biodisponibilidade de cádmio**. 2001. 58 f. Dissertação (Mestrado em Geoquímica e Meio Ambiente) - Instituto de Biologia, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2001.

STEPAN, M.; MUSIL, P.; POUSSEL, E.; MERMET, J. M. Matrix-induced shift effects in axially viewed inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 56, p. 443-453, 2001.

TEÓDULO, M. J. R. ; LIMA, E. S. ; NEUMANN, V. H. M. L.; LEITE, P. R. B.; SANTOS, M. L. F. Comparação de métodos de extração parcial de metais traço em solos e sedimentos de um estuário tropical sob a influência de um complexo industrial portuário, Pernambuco Brasil. **Estudos Geológicos**, v. 13, p. 23-34, 2003.

TODOLÍ, J. L.; MERMET, J. M. Acid interferences in atomic spectrometry: analyte signal effects and subsequent reduction. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 54, p. 895-929, 1999.

TSUTIYA, M. T. Alternativas de disposição final de biossólidos. In: TSUTIYA, M. T.; COMPARINI, J. B.; AMARAL SOBRINHO, P.; HESPANHOL, I.; CARVALHO, P. C. T.; MELFI, A. J.; MELO, W. J.; MARQUES, M. O. (Ed.). **Biossólidos na agricultura**. São Paulo: SABESP, 2001. 468 p.

TÜZEN, M. Determination of heavy metals in soil, mushroom and plant samples by atomic absorption spectrometry. **Microchemical Journal**, v. 74, p. 289-297, 2003.

URE, A. M. Methods of analysis for heavy metals in soil. In: ALLOWAY, B. J. (Ed.). **Heavy metals in soils**. London: Blackie Academic and Professional, 1995. 368 p.

WING, R. K.; FASSEL, V. A.; PETERSON, V. J.; FLOYD, M. A. **Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry an atlas of spectral information**. Amsterdam: Elsevier, 1985.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Environmental health criteria 134 - Cadmium**. Geneva, 1992.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Environmental health criteria 165 – Inorganic Lead**. Geneve, 1995.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Environmental health criteria 200 - Copper**. Geneva, 1998.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Guidelines for drinking-water quality: chemical aspects**. 3rd ed. 2004. Disponível em: <http://www.who.int/water_sanitation_health/dwq/gdwq3_8.pdf>. Acesso em: 26 out. 2006

YOSHINAGA, S. **Conceitos básicos de hidrogeologia**. São Paulo: CETESB, 1993. 30 p. (Curso de águas subterrâneas: controle e prevenção de poluição).

ANEXO A: TABELAS

Tabela A1: Atributos físicos ou análise granulométrica após 25 dias da incorporação dos aditivos:

Amostra	Areia (g kg⁻¹)	Argila (g kg⁻¹)	Silte (g kg⁻¹)
solo s/ aditivos	191	582	227
solo + 30t/ha	191	611	198
solo + 60t/ha	212	589	199
solo + 90t/ha	213	640	147
solo + 120t/ha	220	566	214
solo + calcário	190	690	120

Tabela A2: Atributos físicos ou análise granulométrica para os 6 tratamentos nos experimentos conduzidos em estufa incubadora (BOD) e em casa de vegetação (Cas Veg) para os tempos de incorporação de 85 a 265 dias.

Tratamentos	Tempo de incorporação	Composição granulométrica					
		Areia (g kg ⁻¹)		Argila (g kg ⁻¹)		Silte (g kg ⁻¹)	
		BOD	CasVeg	BOD	CasVeg	BOD	CasVeg
Solo sem aditivos	85 dias	201	189	610	603	189	208
solo + 30 Mg ha ⁻¹		190	184	603	602	207	214
solo + 60 Mg ha ⁻¹		203	204	594	584	203	212
solo + 90 Mg ha ⁻¹		210	205	578	597	212	198
solo + 120 Mg/ha		208	203	575	590	217	207
solo + calcário		192	192	611	609	197	199
Solo sem aditivos	145 dias	207	173	575	615	218	212
solo + 30 Mg ha ⁻¹		199	197	586	580	215	223
solo + 60 Mg ha ⁻¹		217	188	536	575	247	237
solo + 90 Mg ha ⁻¹		209	190	598	593	193	217
solo + 120 Mg ha ⁻¹		219	207	559	579	222	214
solo + calcário		196	184	579	566	225	250
Solo sem aditivos	205 dias	201	188	565	604	234	208
solo + 30 Mg ha ⁻¹		198	198	611	597	191	205
solo + 60 Mg ha ⁻¹		196	200	631	588	173	212
solo + 90 Mg ha ⁻¹		206	206	673	582	121	212
solo + 120 Mg ha ⁻¹		207	206	610	585	183	209
solo + calcário		194	193	637	604	169	203
Solo sem aditivos	265 dias	190	195	631	605	179	200
solo + 30 Mg ha ⁻¹		188	200	626	609	186	191
solo + 60 Mg ha ⁻¹		199	205	605	590	196	205
solo + 90 Mg ha ⁻¹		200	202	601	600	199	198
solo + 120 Mg ha ⁻¹		209	211	587	581	204	208
solo + calcário		179	194	597	593	224	213

Tabela A3: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (85 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD a 30°C.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,2	0,4	7	2	27	9	36	25
solo + 30 Mg/ha	5	22	5,7	1,1	21	3	24	25	49	51
solo + 60 Mg/ha	9	26	5,9	1,8	31	4	22	37	59	63
solo + 90 Mg/ha	20	26	6,2	2,5	49	5	17	57	74	77
solo + 120 Mg/ha	35	29	6,7	3,6	65	6	14	75	89	84
solo + calcário	3	20	6,0	0,4	14	7	21	21	42	50

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A4: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (85 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,1	1,0	6	2	30	9	39	23
solo + 30Mg/ha	5	24	5,7	1,3	23	4	24	28	52	54
solo + 60 Mg/ha	10	25	6,0	1,9	36	5	22	43	65	66
solo + 90 Mg/ha	21	29	6,4	2,8	52	5	17	60	77	78
solo + 120 Mg/ha	43	27	6,7	3,3	70	7	15	80	95	84
solo + calcário	3	23	6,1	0,5	18	8	22	27	49	55

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A5: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à terceira amostragem (145 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,0	0,4	3	1	30	4	34	12
solo + 30 Mg/ha	4	22	5,6	0,9	17	2	23	20	43	47
solo + 60 Mg/ha	7	25	6,0	2,2	31	4	21	37	58	64
solo + 90 Mg/ha	25	26	6,4	2,5	51	5	16	59	75	79
solo + 120 Mg/ha	49	27	6,7	3,4	68	6	14	77	91	85
solo + calcário	3	21	5,9	0,4	17	7	21	24	45	53

* resultados apresentados em mmolc.dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A6: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à terceira amostragem (145 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	21	5,3	1,0	6	2	30	9	39	23
solo + 30 Mg/ha	5	22	5,7	1,3	23	5	22	29	51	57
solo + 60 Mg/ha	9	24	6,0	2,0	35	6	21	43	64	67
solo + 90 Mg/ha	24	26	6,5	2,5	51	6	16	59	75	79
solo + 120 Mg/ha	50	25	6,6	3,1	64	7	14	74	88	84
solo + calcário	3	22	5,9	0,7	23	8	21	32	53	60

* resultados apresentados em mmolc.dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A7: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (205 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD a 30°C.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,1	0,4	8	2	29	10	39	26
solo + 30 Mg/ha	5	21	5,7	1,1	21	3	24	25	49	51
solo + 60 Mg/ha	7	23	5,9	1,6	32	4	20	38	58	66
solo + 90 Mg/ha	22	25	6,4	2,6	53	5	16	61	77	79
solo + 120 Mg/ha	50	27	6,7	3,3	65	6	14	74	88	84
solo + calcário	3	20	5,9	0,4	17	7	22	24	46	52

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A8: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (205 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,3	1,0	6	3	27	10	37	27
solo + 30 Mg/ha	5	22	5,7	1,3	19	3	22	23	45	51
solo + 60 Mg/ha	9	23	6,1	1,3	27	4	20	32	52	62
solo + 90 Mg/ha	31	25	6,5	2,8	54	6	15	63	78	81
solo + 120 Mg/ha	66	27	6,8	3,1	54	6	14	63	77	82
solo + calcário	3	20	6,0	0,6	13	6	21	20	41	49

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A9: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (265 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em estufa incubadora BOD a 30°C.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,0	0,4	4	1	31	5	36	14
solo + 30 Mg/ha	5	23	5,7	1,1	21	3	23	25	48	52
solo + 60 Mg/ha	7	23	6,0	1,5	30	4	20	35	55	64
solo + 90 Mg/ha	17	25	6,6	1,9	45	4	15	51	66	77
solo + 120 Mg/ha	42	27	6,8	3,9	77	7	13	88	101	87
solo + calcário	3	21	5,9	0,4	16	7	22	23	45	51

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A10: Atributos químicos da fertilidade do solo, referentes à segunda amostragem (265 dias após incorporação do composto) no experimento conduzido em casa de vegetação.

Amostra	P (mg dm ⁻³)	M.O. (g dm ⁻³)	pH CaCl ₂	K*	Ca*	Mg*	H+Al*	S.B.*	CTC*	V (%)
solo s/ aditivos	3	20	5,4	1,0	7	3	26	11	37	30
solo + 30 Mg/ha	6	21	5,8	1,3	22	4	22	27	49	55
solo + 60 Mg/ha	9	22	6,1	1,5	29	4	20	34	54	63
solo + 90 Mg/ha	32	23	6,6	2,3	56	6	15	64	79	81
solo + 120 Mg/ha	50	25	6,8	2,6	61	7	13	71	84	85
solo + calcário	3	21	6,1	1,0	18	10	19	29	48	60

* resultados apresentados em mmolc dm⁻³ (milimol de carga por decímetro cúbico)

P = fósforo extraído com resina; M.O. = matéria orgânica; K = potássio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; H+Al = potencial de acidez; S.B. = soma de bases; CTC = capacidade de troca catiônica; V = saturação de bases.

Tabela A11: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) (n=4) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	0,70 ±0,02	< LOQ	2,40 ±0,02	27,05 ±0,33	< LOQ	< LOQ	1,70 ±0,02
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	1,00 ±0,01	< LOQ	2,10 ±0,01	32,75 ±0,07	< LOQ	< LOQ	6,70 ±0,02
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	1,00 ±0,01	< LOQ	1,90 ±0,01	38,50 ±0,05	< LOQ	< LOQ	11,0 ±0,6
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	1,00 ±0,01	< LOQ	1,60 ±0,02	26,95 ±0,03	< LOQ	< LOQ	14,90 ±0,04
solo + 120Mg/ha	< LOQ	1,00 ±0,01	< LOQ	1,50 ±0,02	26,40 ±0,05	< LOQ	< LOQ	15,3 ±0,1
solo + calcário	< LOQ	0,70 ±0,01	< LOQ	1,80 ±0,01	24,10 ±0,04	< LOQ	< LOQ	1,85 ±0,03

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A12: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (reduzível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	4,3 ±0,1	< LOQ	2,80 ±0,01	92,8 ±0,4	< LOQ	< LOQ	0,60 ±0,02
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	5,30 ±0,03	< LOQ	3,20 ±0,01	106,8 ±0,3	< LOQ	< LOQ	2,30 ±0,01
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	5,4 ±0,1	< LOQ	3,40 ±0,03	110 ±1	< LOQ	< LOQ	4,3 ±0,1
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	6,00 ±0,02	< LOQ	5,5 ±0,1	132,5 ±0,7	< LOQ	< LOQ	12,4 ±0,1
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	6,5 ±0,1	< LOQ	5,6 ±0,4	143 ±1	< LOQ	< LOQ	19,30 ±0,05
solo + calcário	< LOQ	4,90 ±0,04	< LOQ	3,10 ±0,01	105,5 ±0,3	< LOQ	< LOQ	0,60 ±0,01

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30 mg kg⁻¹.

Tabela A13: Médias das concentrações dos metais (mg kg^{-1}) \pm SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,50 $\pm 0,02$	2,6 $\pm 0,2$	2,50 $\pm 0,01$	6,9 $\pm 0,1$	33 ± 1	< LOQ	< LOQ	0,67 $\pm 0,01$
solo + 30 Mg/ha	0,50 $\pm 0,01$	3,3 $\pm 0,2$	2,62 $\pm 0,01$	9,00 $\pm 0,05$	35,9 $\pm 0,8$	< LOQ	< LOQ	1,50 $\pm 0,01$
solo + 60 Mg/ha	0,50 $\pm 0,01$	4,62 $\pm 0,05$	2,75 $\pm 0,01$	10,87 $\pm 0,03$	40,5 $\pm 0,3$	< LOQ	< LOQ	2,87 $\pm 0,02$
solo + 90 Mg/ha	0,50 $\pm 0,01$	3,12 $\pm 0,03$	3,12 $\pm 0,01$	15,62 $\pm 0,06$	32,4 $\pm 0,2$	< LOQ	< LOQ	5,37 $\pm 0,03$
solo + 120 Mg/ha	0,50 $\pm 0,01$	3,1 $\pm 0,1$	3,75 $\pm 0,02$	19 ± 2	28,5 $\pm 0,5$	< LOQ	< LOQ	7,25 $\pm 0,04$
solo + calcário	0,50 $\pm 0,01$	2,78 $\pm 0,02$	2,50 $\pm 0,01$	6,25 $\pm 0,01$	31,6 $\pm 0,1$	< LOQ	< LOQ	0,62 $\pm 0,01$

LOQ (mg kg^{-1}): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A14: Médias das concentrações dos metais (mg kg^{-1}) \pm SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à primeira amostragem (25 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	6,9 $\pm 0,1$	25,3 $\pm 0,4$	34,9 $\pm 0,7$	31,2 $\pm 0,8$	201 ± 4	27,3 $\pm 0,6$	126 ± 2	26,2 $\pm 0,6$
solo + 30 Mg/ha	8,54 $\pm 0,08$	25,5 $\pm 0,2$	41,7 $\pm 0,3$	45,9 $\pm 0,6$	251 ± 2	35,3 $\pm 0,3$	157 ± 1	34,6 $\pm 0,3$
solo + 60 Mg/ha	8,5 $\pm 0,1$	25,5 $\pm 0,3$	45,4 $\pm 0,8$	47,0 $\pm 0,8$	254 ± 3	35,3 $\pm 0,5$	162 ± 2	36,3 $\pm 0,6$
solo + 90 Mg/ha	8,84 $\pm 0,07$	25,5 $\pm 0,2$	45,4 $\pm 0,4$	47,5 $\pm 0,5$	258 ± 2	35,5 $\pm 0,3$	163 ± 1	36,6 $\pm 0,3$
solo + 120 Mg/ha	8,9 $\pm 0,1$	26,6 $\pm 0,3$	47,6 $\pm 0,6$	59,9 $\pm 0,9$	264 ± 3	38,4 $\pm 0,5$	181 ± 2	43,1 $\pm 0,7$
solo + calcário	7,28 $\pm 0,01$	25,10 $\pm 0,05$	37,52 $\pm 0,04$	37,0 $\pm 0,1$	220,9 $\pm 0,6$	30,24 $\pm 0,04$	138,74 $\pm 0,09$	32,1 $\pm 0,2$

LOQ (mg kg^{-1}): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A15: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	0,70 ±0,02	< LOQ	< LOQ	32,5 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	0,50 ±0,02	< LOQ	< LOQ	34,0 ±0,1	< LOQ	< LOQ	2,60 ±0,02
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	0,60 ±0,01	< LOQ	< LOQ	35,4 ±0,2	< LOQ	< LOQ	4,7 ±0,1
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	0,70 ±0,01	< LOQ	< LOQ	35,70 ±0,09	< LOQ	< LOQ	8,2 ±0,1
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	0,70 ±0,01	< LOQ	< LOQ	37,1 ±0,2	< LOQ	< LOQ	22,7 ±0,6
solo + calcário	< LOQ	0,60 ±0,01	< LOQ	< LOQ	32,6 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A16: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	53±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	57±4	< LOQ	< LOQ	2,1±0,3
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	54±3	< LOQ	< LOQ	3,1±0,4
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	50±3	< LOQ	< LOQ	7±1
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	48±3	< LOQ	< LOQ	11±6
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	58±7	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A17: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,9 ±0,2	< LOQ	0,4 ±0,1	< LOQ	41±3	3,0 ±0,3	2,5 ±0,4	2,4 ±0,5
solo + 30 Mg/ha	1,0 ±0,4	< LOQ	0,48 ±0,02	< LOQ	37±5	3,0 ±0,4	2 ±1	2 ±1
solo + 60 Mg/ha	1,2 ±0,2	< LOQ	0,50 ±0,02	< LOQ	36±2	3,0 ±0,3	2,7 ±0,7	1,6 ±0,9
solo + 90 Mg/ha	1,22 ±0,03	< LOQ	0,52 ±0,01	< LOQ	37±1	3,0 ±0,3	3 ±1	2 ±1
solo + 120 Mg/ha	1,28 ±0,07	< LOQ	0,53 ±0,04	< LOQ	37±2	3,0 ±0,2	3 ±1	3 ±1
solo + calcário	1,0 ±0,4	< LOQ	0,50 ±0,09	< LOQ	36±2	2,9 ±0,6	3 ±1	2 ±1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A18: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,5 ±0,2	0,41 ±0,03	0,40 ±0,05	< LOQ	24 ±4	< LOQ	<LOQ	1,7 ±0,5
solo + 30 Mg/ha	0,6 ±0,1	0,89 ±0,05	0,61 ±0,09	< LOQ	26,5 ±0,9	< LOQ	3,8 ±0,5	3,5 ±0,6
solo + 60 Mg/ha	0,6 ±0,1	0,78 ±0,08	0,58 ±0,03	< LOQ	28,0 ±0,8	< LOQ	4,0 ±0,5	5,6 ±0,7
solo + 90 Mg/ha	0,87 ±0,06	0,69 ±0,05	0,55 ±0,02	< LOQ	27,5 ±0,6	< LOQ	7 ±2	7,5 ±0,82
solo + 120 Mg/ha	0,91 ±0,05	0,46 ±0,05	0,41 ±0,02	< LOQ	28 ±3	< LOQ	5 ±1	9,11 ±0,27
solo + calcário	0,86 ±0,04	0,8 ±0,1	0,610 ±0,007	< LOQ	23 ±2	< LOQ	<LOQ	1,59 ±0,58

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A19: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	3,6 ±0,6	< LOQ	16,7 ±0,2	201 ±15	< LOQ	< LOQ	8,1 ±0,1
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	3 ±1	< LOQ	10,5 ±0,5	202 ±46	< LOQ	< LOQ	86 ±3
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	4,5 ±0,3	< LOQ	4,5 ±0,3	209 ±15	< LOQ	< LOQ	134 ±2
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	3,8 ±0,7	< LOQ	6,7 ±0,5	210 ±22	3,9 ±0,5	< LOQ	270 ±4
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	3,7 ±0,2	< LOQ	4,2 ±0,1	212 ±7	6,5 ±0,4	< LOQ	345 ±2
solo + calcário	< LOQ	3,5 ±0,3	< LOQ	7,40 ±0,08	176 ±6	< LOQ	< LOQ	8,0 ±0,3

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A20: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	2±1	3±1	7±3	36±6	148±8	4±1	15±3	4±2
solo + 30 Mg/ha	2±1	2±1	12±4	20±3	133±8	4±3	8±2	59±6
solo + 60 Mg/ha	2±1	2,0±0,7	13±5	20±6	144±8	9±3	6±3	101 ±12
solo + 90 Mg/ha	3±1	1,6±0,3	18±3	3±1	132±16	24±9	6±2	163 ±22
solo + 120 Mg/ha	3±1	1,51±0,26	23±3	4±2	135±5	23±3	3±1	224 ±13
solo + calcário	3±1	2,0±0,7	22±4	1,3±0,6	114±6	28±8	2,2±0,7	17±2

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A21: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	1,0 ±0,2	< LOQ	0,86 ±0,09	< LOQ	55 ±1	1,0 ±0,1	< LOQ	0,87 ±0,08
solo + 30 Mg/ha	1,0 ±0,3	< LOQ	1,03 ±0,04	< LOQ	55 ±2	1,1 ±0,2	< LOQ	2,7 ±0,5
solo + 60 Mg/ha	1,0 ±0,1	< LOQ	1,08 ±0,06	< LOQ	48 ±2	1,3 ±0,2	< LOQ	3,3 ±0,5
solo + 90 Mg/ha	0,7 ±0,2	< LOQ	1,01 ±0,08	< LOQ	46 ±3	0,9 ±0,1	< LOQ	5,4 ±0,9
solo + 120 Mg/ha	0,7 ±0,2	< LOQ	1,12 ±0,07	< LOQ	53 ±2	0,5 ±0,2	< LOQ	8 ±1
solo + calcário	1,1 ±0,1	< LOQ	1,14 ±0,04	< LOQ	49 ±3	1,1 ±0,2	< LOQ	1,0 ±0,1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A22: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração I** (solúvel, trocável, ligados a carbonatos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	0,40 ±0,05	< LOQ	35 ±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,38 ±0,01	< LOQ	23 ±2	< LOQ	< LOQ	1,8 ±0,6
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,40 ±0,02	< LOQ	21 ±2	< LOQ	< LOQ	2,2 ±0,6
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,37 ±0,06	< LOQ	23 ±1	< LOQ	< LOQ	4,6 ±0,8
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,34 ±0,02	< LOQ	31 ±3	< LOQ	< LOQ	6,0 ±0,2
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	0,42 ±0,04	< LOQ	25 ±2	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A23: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	4,1 ±0,1	< LOQ	1,90 ±0,01	92,2 ±0,9	< LOQ	4,30 ±0,06	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	4,20 ±0,05	< LOQ	2,20 ±0,06	101,0 ±0,9	< LOQ	5,80 ±0,09	2,2 ±0,5
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	4,10 ±0,05	< LOQ	2,20 ±0,01	106,5 ±0,5	< LOQ	6,00 ±0,05	5,10 ±0,05
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	4,30 ±0,07	< LOQ	2,50 ±0,02	103,1 ±0,9	< LOQ	6,1 ±0,1	9,50 ±0,07
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	2,90 ±0,02	< LOQ	2,30 ±0,02	69,8 ±0,3	< LOQ	7,3 ±0,2	13 ±1
solo + calcário	< LOQ	3,50 ±0,02	< LOQ	1,80 ±0,09	81,4 ±0,5	< LOQ	3,50 ±0,07	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela 24: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	3,8 ±0,1	< LOQ	< LOQ	89 ±3	< LOQ	< LOQ	0,5 ±0,2
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	3,9 ±0,3	< LOQ	< LOQ	101 ±3	< LOQ	< LOQ	1,9 ±0,3
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	4,0 ±0,6	< LOQ	< LOQ	106 ±6	< LOQ	< LOQ	3,2 ±0,4
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	3,4 ±0,3	< LOQ	< LOQ	101 ±3	< LOQ	< LOQ	6,4 ±0,4
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	4,1 ±0,7	< LOQ	< LOQ	101 ±2	< LOQ	< LOQ	10 ±1
solo + calcário	< LOQ	3,5 ±0,7	< LOQ	< LOQ	89 ±11	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A25: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,4 ±0,1	3,5 ±0,5	< LOQ	< LOQ	95 ±2	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	0,25 ±0,06	4 ±1	< LOQ	< LOQ	114 ±5	< LOQ	< LOQ	1,1 ±0,3
solo + 60 Mg/ha	0,3 ±0,1	3,6 ±0,5	< LOQ	< LOQ	120 ±7	< LOQ	< LOQ	2,8 ±0,4
solo + 90 Mg/ha	0,3 ±0,1	3,8 ±0,4	< LOQ	< LOQ	108 ±9	< LOQ	< LOQ	5,8 ±0,5
solo + 120 Mg/ha	0,42 ±0,09	2,1 ±0,8	< LOQ	< LOQ	88 ±3	< LOQ	< LOQ	8 ±1
solo + calcário	0,49 ±0,03	4,0 ±0,3	< LOQ	< LOQ	108 ±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A26: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,26 ±0,02	4,2 ±0,6	0,420 ±0,004	< LOQ	124 ±6	< LOQ	< LOQ	1,6 ±0,2
solo + 30 Mg/ha	0,46 ±0,04	4,3 ±0,2	0,49 ±0,03	< LOQ	147 ±3	< LOQ	5,8 ±0,5	2,5 ±0,1
solo + 60 Mg/ha	0,48 ±0,09	4,9 ±0,3	0,60 ±0,06	< LOQ	159 ±5	< LOQ	4,3 ±0,3	4,3 ±0,9
solo + 90 Mg/ha	0,51 ±0,04	3,8 ±0,7	0,56 ±0,09	< LOQ	146 ±9	< LOQ	5,3 ±0,7	8 ±1
solo + 120 Mg/ha	0,53 ±0,09	4 ±1	0,62 ±0,03	< LOQ	131 ±8	< LOQ	6,2 ±0,5	11 ±1
solo + calcário	0,55 ±0,06	4,2 ±0,4	0,65 ±0,06	< LOQ	134 ±4	< LOQ	< LOQ	0,9 ±0,1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A27: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	10 ±2	< LOQ	< LOQ	214 ±29	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	10 ±3	< LOQ	< LOQ	254 ±23	< LOQ	< LOQ	41,0 ±0,8
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	11 ±2	< LOQ	< LOQ	256 ±12	< LOQ	< LOQ	76 ±1
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	7,8 ±0,7	< LOQ	< LOQ	202,7 ±0,9	< LOQ	< LOQ	139 ±2
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	6,7 ±0,8	< LOQ	< LOQ	178 ±24	< LOQ	< LOQ	228 ±2
solo + calcário	< LOQ	10 ±2	< LOQ	< LOQ	223 ±10	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A28: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,83 ±0,03	5,8 ±1,5	< LOQ	< LOQ	280 ±21	< LOQ	17 ±6	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	1,2 ±0,4	8,8 ±1,4	< LOQ	< LOQ	401 ±3	< LOQ	24 ±6	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	0,7 ±0,3	8,6 ±0,9	< LOQ	< LOQ	420 ±4	< LOQ	13 ±5	41 ±18
solo + 90 Mg/ha	0,4 ±0,1	6,6 ±1,3	< LOQ	< LOQ	367 ±9	< LOQ	8 ±2	145 ±17
solo + 120 Mg/ha	0,24 ±0,04	3,6 ±0,9	< LOQ	< LOQ	353 ±7	< LOQ	8 ±2	276 ±25
solo + calcário	2 ±1	9 ±3	< LOQ	< LOQ	381 ±6	< LOQ	32 ±16	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A29: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	3,4 ±0,9	< LOQ	< LOQ	89 ±4	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	2,8 ±0,5	< LOQ	< LOQ	116 ±5	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	2,6 ±0,8	< LOQ	< LOQ	122 ±6	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	2,8 ±0,6	< LOQ	< LOQ	114 ±9	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	1,6 ±0,3	< LOQ	< LOQ	110 ±6	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	4 ±2	< LOQ	< LOQ	120 ±6	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A30: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração II** (redutível, ligados aos oxi-hidróxidos de Fe e Mn) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	4,4 ±0,6	< LOQ	< LOQ	122 ±4	< LOQ	3,0 ±0,1	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	5,4 ±0,6	< LOQ	< LOQ	159 ±4	< LOQ	3,0 ±0,8	2,0 ±0,3
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	5,4 ±0,3	< LOQ	< LOQ	165 ±2	< LOQ	4 ±1	3,0 ±0,3
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	3,7 ±0,4	< LOQ	< LOQ	136 ±6	< LOQ	3,9 ±0,8	6,3 ±0,6
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	2,9 ±0,3	< LOQ	< LOQ	123 ±6	< LOQ	5,0 ±0,8	9,4 ±0,5
solo + calcário	< LOQ	4,3 ±0,6	< LOQ	< LOQ	128 ±5	< LOQ	3,6 ±0,4	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A31: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (forma oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	< LOQ	2,3 ±0,2	25,9 ±0,8	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	2,5 ±0,1	22,4 ±0,9	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	2,5 ±0,4	22,1 ±0,5	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	3,62 ±0,02	15,5 ±0,9	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	5,75 ±0,02	16,8 ±0,6	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	< LOQ	1,8 ±0,2	21,4 ±0,5	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A32: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	0,41 ±0,06	0,5 ±0,2	11 ±6	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,5 ±0,2	1,4 ±0,9	9 ±5	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,3	2,3 ±0,9	13 ±7	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	1,1 ±0,1	4,6 ±0,2	14 ±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	1,2 ±0,5	6 ±2	15 ±9	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	0,5 ±0,1	0,8 ±0,2	12 ±2	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A33: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	12 ±3	< LOQ	2,5 ±0,4	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	14 ±3	< LOQ	4 ±2	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,2	13 ±2	< LOQ	5 ±2	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	2,6 ±0,8	12 ±2	< LOQ	2,4 ±0,5	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	4,6 ±0,6	14 ±3	< LOQ	2,4 ±0,3	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	8,5 ±0,6	< LOQ	3,7 ±0,6	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A34: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,3 ±0,1	< LOQ	< LOQ	< LOQ	7,9 ±0,7	1,7 ±0,2	< LOQ	0,54 ±0,05
solo + 30 Mg/ha	0,95 ±0,09	< LOQ	< LOQ	< LOQ	8,2 ±0,8	4,4 ±0,7	< LOQ	0,57 ±0,04
solo + 60 Mg/ha	0,82 ±0,04	< LOQ	< LOQ	< LOQ	10 ±2	1,7 ±0,2	< LOQ	0,54 ±0,04
solo + 90 Mg/ha	0,96 ±0,05	< LOQ	< LOQ	2,75 ±0,14	11 ±2	2,6 ±0,7	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	0,6 ±0,1	< LOQ	< LOQ	3,57 ±0,28	12 ±2	0,87 ±0,01	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	0,9 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ	9,5 ±0,8	0,86 ±0,02	< LOQ	0,62 ±0,08

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A35: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em estufa incubadora (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	0,35 ±0,05	0,36 ±0,03	0,97 ±0,02	7 ±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	0,25 ±0,01	0,37 ±0,05	1,21 ±0,06	8 ±2	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	0,50 ±0,03	0,87 ±0,04	2,75 ±0,03	10,2 ±0,3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	0,50 ±0,01	1,00 ±0,02	4,50 ±0,04	10,3 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	0,59 ±0,02	1,25 ±0,01	7,06 ±0,03	14,8 ±0,3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	0,37 ±0,01	0,37 ±0,01	0,94 ±0,01	12,2 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A36: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	16 ±4	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	14 ±4	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0,8 ±0,3	16 ±3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	2,3 ±0,7	11 ±1	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	< LOQ	5,2 ±0,9	14 ±4	< LOQ	< LOQ	< LOQ
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	13 ±4	< LOQ	< LOQ	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A37: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,34 ±0,02	< LOQ	< LOQ	< LOQ	4 ±1	< LOQ	6 ±2	< LOQ
solo + 30 Mg/ha	0,4 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ	8,1 ±0,8	< LOQ	5,1 ±0,9	< LOQ
solo + 60 Mg/ha	0,4 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ	10,4 ±0,8	< LOQ	7,4 ±0,9	< LOQ
solo + 90 Mg/ha	0,5 ±0,3	< LOQ	< LOQ	1,93 ±0,52	11,0 ±0,9	< LOQ	2,6 ±0,9	< LOQ
solo + 120 Mg/ha	0,65 ±0,06	< LOQ	< LOQ	5,46 ±0,10	14 ±4	< LOQ	2,6 ±0,3	< LOQ
solo + calcário	0,5 ±0,1	< LOQ	< LOQ	< LOQ	10 ±3	< LOQ	13 ±2	< LOQ

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A38: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração III** (oxidável, ligados à matéria orgânica e sulfetos) para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,3 ±0,1	< LOQ	< LOQ	0,66 ±0,07	< LOQ	< LOQ	< LOQ	1,38 ±0,05
solo + 30 Mg/ha	0,18 ±0,04	< LOQ	< LOQ	0,7 ±0,1	< LOQ	< LOQ	< LOQ	1,1 ±0,2
solo + 60 Mg/ha	0,16 ±0,03	< LOQ	< LOQ	2,6 ±0,7	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0,7 ±0,1
solo + 90 Mg/ha	0,18 ±0,02	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,2	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,2
solo + 120 Mg/ha	0,18 ±0,02	< LOQ	< LOQ	5,4 ±0,7	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,1
solo + calcário	0,21 ±0,02	< LOQ	< LOQ	0,6 ±0,1	< LOQ	< LOQ	< LOQ	1,3 ±0,2

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A39: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em casa de vegetação (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	4,6 ±0,4	6,7 ±0,4	6,6 ±0,3	31,0 ±0,9	70 ±11	8,2 ±0,5	255 ±13	15,3 ±0,5
solo + 30 Mg/ha	4,3 ±0,4	8,6 ±0,4	9,1 ±0,3	29 ±1	101 ±9	10,5 ±0,3	314 ±13	18,3 ±0,6
solo + 60 Mg/ha	2,7 ±0,4	4,3 ±0,3	5,9 ±0,2	22,4 ±0,9	48 ±5	6,2 ±0,4	217 ±12	17,4 ±0,5
solo + 90 Mg/ha	2,5 ±0,6	2,8 ±0,3	6,0 ±0,1	32,4 ±0,8	35 ±4	5,0 ±0,3	219 ±7	23,3 ±0,7
solo + 120 Mg/ha	2,9 ±0,6	7,8 ±0,3	8,1 ±0,2	34 ±1	84 ±6	10,5 ±0,3	220 ±9	23 ±1
solo + calcário	3,1 ±0,4	8,3 ±0,5	7,9 ±0,3	29 ±1	120 ±8	10,9 ±0,5	245 ±11	16,1 ±0,4

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A40: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em casa de vegetação (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	2,8 ±0,4	6 ±1	5,6 ±0,7	45 ±6	83 ±17	9 ±1	276 ±20	22 ±2
solo + 30 Mg/ha	4,5 ±0,6	11 ±3	13 ±1	53 ±1	224 ±3	17 ±4	377 ±20	29 ±2
solo + 60 Mg/ha	5,1 ±0,7	16 ±2	26 ±4	51 ±4	229 ±19	22 ±3	382 ±17	29 ±2
solo + 90 Mg/ha	4,6 ±0,1	14,6 ±0,7	24,3 ±0,7	48 ±1	215 ±7	20,8 ±0,6	356 ±3	31 ±0,7
solo + 120 Mg/ha	4 ±1	10 ±3	13 ±2	57 ±5	179 ±20	13 ±5	350 ±21	41 ±2
solo + calcário	4 ±1	9 ±3	10 ±3	47 ±2	180 ±22	13 ±5	350 ±22	23 ±2

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A41: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em casa de vegetação (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,4 ±0,1	3,6 ±0,6	12 ±1	36 ±6	157 ±31	3,7 ±0,1	98 ±12	26 ±3
solo + 30 Mg/ha	0,4 ±0,1	1,2 ±0,4	1,8 ±0,3	38 ±2	138 ±5	1,8 ±0,5	61 ±5	27 ±2
solo + 60 Mg/ha	0,4 ±0,1	3,2 ±0,2	24 ±4	43 ±2	206 ±14	4,4 ±0,6	104 ±9	33 ±2
solo + 90 Mg/ha	0,4 ±0,1	4,6 ±0,2	5 ±1	55 ±2	239 ±8	5,3 ±0,4	118 ±4	42,9 ±0,9
solo + 120 Mg/ha	0,4 ±0,1	3,1 ±0,3	2,5 ±0,5	53 ±6	207 ±16	4,3 ±0,5	106 ±12	49 ±9
solo + calcário	0,4 ±0,1	3,7 ±0,2	9 ±1	43 ±2	222 ±13	4,7 ±0,4	97 ±13	25 ±1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A42: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em casa de vegetação (265 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	0,5 ±0,1	3,2 ±0,2	22 ±2	31 ±1	182 ±9	3,3 ±0,7	< LOQ	25 ±3
solo + 30 Mg/ha	0,31 ±0,05	2,9 ±0,3	0,22 ±0,04	35 ±5	145 ±9	3 ±1	< LOQ	27 ±3
solo + 60 Mg/ha	0,57 ±0,09	3,1 ±0,2	19 ±1	35,2 ±0,8	172 ±4	2,8 ±0,5	< LOQ	27,1 ±0,6
solo + 90 Mg/ha	0,60 ±0,08	3,3 ±0,3	20 ±3	40 ±1	179 ±12	3,0 ±0,4	< LOQ	35 ±1
solo + 120 Mg/ha	0,29 ±0,05	3,6 ±0,6	12 ±3	44 ±7	177 ±16	3,3 ±0,6	< LOQ	38 ±4
solo + calcário	0,32 ±0,04	3,1 ±0,2	20,8 ±0,6	27 ±1	167 ±3	2,6 ±0,2	< LOQ	22 ±1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A43: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à segunda amostragem em BOD (85 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	1,75 ±0,04	2,73 ±0,03	4,53 ±0,02	28,0 ±0,6	4 ±1	4,83 ±0,03	175,89 ±0,06	11,92 ±0,03
solo + 30 Mg/ha	4,73 ±0,09	10,5 ±0,1	11,1 ±0,2	48,42 ±0,05	27 ±6	15,5 ±0,4	292,86 ±0,04	25,67 ±0,08
solo + 60 Mg/ha	5,3 ±0,1	12,8 ±0,4	15,6 ±0,9	49,7 ±0,5	30 ±3	18,9 ±0,6	309 ±6	27,5 ±0,3
solo + 90 Mg/ha	3,6 ±0,2	6,7 ±0,4	7,1 ±0,2	49 ±2	14 ±8	10,1 ±0,6	314 ±13	31 ±1
solo + 120 Mg/ha	2,8 ±0,2	5,2 ±0,5	6,2 ±0,4	42 ±2	9 ±5	8,5 ±0,7	244 ±16	30 ±1
solo + calcário	5,4 ±0,2	13,9 ±0,8	19 ±1	44 ±1	29 ±6	20 ±1	196 ±16	21,7 ±0,7

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A44: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à terceira amostragem em BOD (145 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	4,4 ±0,8	9 ±3	8 ±2	46 ±4	163 ±28	14 ±3	320 ±41	21 ±2
solo + 30 Mg/ha	5,4 ±0,3	14 ±3	18 ±7	41 ±14	213 ±6	19 ±6	359 ±30	24 ±2
solo + 60 Mg/ha	5 ±1	16 ±4	25 ±5	49 ±3	204 ±32	22 ±6	362 ±37	29 ±4
solo + 90 Mg/ha	5,3 ±0,4	16,3 ±0,5	25 ±3	49 ±4	213 ±12	23 ±1	355 ±32	31 ±2
solo + 120 Mg/ha	5,5 ±0,3	15 ±3	19 ±7	59 ±7	205 ±35	22 ±3	379 ±25	42 ±6
solo + calcário	4,6 ±0,3	7 ±1	8,6 ±0,4	51,6 ±0,6	120 ±30	13 ±2	350 ±11	23,6 ±0,4

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A45: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quarta amostragem em BOD (205 dias após adição do composto).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	2,6 ±0,3	22 ±3	35 ±2	196 ±3	1,9 ±0,5	96 ±8	23 ±2
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	2,7 ±0,5	24 ±2	38,9 ±0,6	201 ±6	2,0 ±0,5	108 ±8	28,7 ±0,9
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	2,8 ±0,4	23 ±3	40 ±2	199 ±6	2,5 ±0,3	110 ±8	31 ±2
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	3,0 ±0,2	24 ±2	46 ±2	202 ±5	2,9 ±0,6	123 ±7	37 ±2
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	3,2 ±0,9	20 ±4	51 ±5	207 ±22	3,0 ±0,4	117 ±7	44 ±4
solo + calcário	< LOQ	2,7 ±0,6	21 ±3	40 ±5	170 ±40	2,8 ±0,5	86 ±9	24 ±1

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.

Tabela A46: Médias das concentrações dos metais (mg de metal kg⁻¹ de solo) ± SD (desvio padrão) na **fração residual** para os 6 tratamentos, referentes à quinta amostragem em BOD (265 dias após adição dos aditivos).

Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
solo s/ aditivos	< LOQ	< LOQ	2,1 ±0,3	1,3 ±0,4	14 ±3	0,8 ±0,1	< LOQ	1,8 ±0,3
solo + 30 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	2,2 ±0,5	12 ±1	45 ±3	1,3 ±0,7	< LOQ	7 ±1
solo + 60 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	2 ±1	10 ±2	27 ±3	0,9 ±0,2	< LOQ	8 ±2
solo + 90 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	4 ±1	15 ±1	30 ±5	0,8 ±0,1	< LOQ	16 ±2
solo + 120 Mg/ha	< LOQ	< LOQ	3,0 ±0,8	16 ±2	20 ±5	0,9 ±0,2	< LOQ	18 ±2
solo + calcário	< LOQ	< LOQ	2,2 ±0,3	4,4 ±0,6	19 ±5	0,8 ±0,1	< LOQ	1,9 ±0,4

LOQ (mg kg⁻¹): Cd= 0,10; Co= 0,20; Cr= 0,25; Cu= 0,35; Mn= 0,18; Ni= 0,60; Pb= 1,90; Zn= 0,30.