

ALESSANDRO REINALDO ZABOTTO

CRESCIMENTO INICIAL E PRODUÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE *Corymbia citriodora* (Hook.) EM SOLO SUPLEMENTADO COM LODO DE ESGOTO E DUAS FONTES DE POTÁSSIO

Botucatu

2020

ALESSANDRO REINALDO ZABOTTO

CRESCIMENTO INICIAL E PRODUÇÃO DE OLEO ESSENCIAL DE *Corymbia citriodora* (Hook.) EM SOLO SUPLEMENTADO COM LODO DE ESGOTO E DUAS FONTES DE POTÁSSIO

Dissertação de Mestrado, do Programa de Pós-Graduação em Agronomia (Energia na Agricultura) apresentado à Faculdade de Ciências Agronômicas da Unesp Campus de Botucatu.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Broetto

Botucatu

2020

Z12c	<p>Zabotto, Alessandro Reinaldo</p> <p>Crescimento inicial e produção de óleo essencial de <i>Corymbia citriodora</i> (hook.) em solo suplementado com lodo de esgoto e duas fontes de potássio / Alessandro Reinaldo Zabotto. -- Botucatu, 2020</p> <p>59 p. : tabs., fotos</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu</p> <p>Orientador: Fernando Broetto</p> <p>1. Adubação orgânica. 2. Resíduo Urbano. 3. Nutrição Mineral. 4. Fertilidade do Solo. I. Título.</p>
------	--

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

“Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte”.

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: CRESCIMENTO INICIAL E PRODUÇÃO DE OLEO ESSENCIAL DE *Corymbia citriodora* (Hook.) EM SOLO SUPLEMENTADO COM LODO DE ESGOTO E DUAS FONTES DE POTÁSSIO

AUTOR: ALESSANDRO REINALDO ZABOTTO

ORIENTADOR: FERNANDO BROETTO

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em AGRONOMIA (ENERGIA NA AGRICULTURA), pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. FERNANDO BROETTO
Química e Bioquímica / Instituto de Biociências de Botucatu - UNESP


Pesquisador Dr. ARMANDO REIS TAVARES
Fruticultura / Instituto Agronômico de Campinas


Prof. Dr. IRAÉ AMARAL GUERRINI
Solos e Recursos Ambientais / Faculdade de Ciências Agrônomicas de Botucatu - UNESP

Botucatu, 28 de fevereiro de 2020

A minha mãe, Dirce de Mattos Zabotto (in memoriam).

DEDICO!

AGRADECIMENTOS

A Faculdade de Ciências Agronômicas – FCA da Universidade Estadual Paulista – UNESP, Botucatu, SP;

Ao Instituto de Biociências - IBB da Universidade Estadual Paulista – UNESP, Botucatu, SP;

Ao IAC - Instituto Agronômico de Campinas, pelo uso do laboratório de óleos essenciais;

Ao meu orientador Prof. Dr. Fernando Broetto pelos ensinamentos e parceria;

A Prof. Dra. Marcia Ortiz Marques e ao Prof. Dr. Filipe Giardini;

Aos Amigos e professores Prof. Dr. Armando Tavares e Iraê Amaral Guerrini;

Aos colegas de laboratório: Mara Lúcia, Osvaldir, Irineu, Dariane, Tatiane e Icaro pelo apoio e amizade;

Ao meu amigo Patrick Luan pela amizade e apoio no decorrer da pesquisa;

A minha amiga/irmã Crislaine pelo apoio nas horas difíceis;

A seção técnica de pós-graduação que sempre me ajudou na parte burocrática;

E a todos e todas que não citei o nome aqui mas que de alguma forma me apoiaram ao longo dos 18 meses de mestrado.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Muito Obrigado!

RESUMO

O crescimento populacional urbano tem promovido aumento do volume de efluentes gerados pelas estações de tratamento de esgoto. Assim, se faz necessário práticas de reciclagem apropriadas para evitar contaminação do meio ambiente. A aplicação desses resíduos como insumos em plantios florestais apresenta-se como alternativa viável, com possível reflexo na produtividade. Desta forma este trabalho teve como objetivo determinar a viabilidade de sua aplicação, associado a doses e fontes de potássio no cultivo da espécie *Corymbia citriodora*. A suplementação do lodo de esgoto com fonte potássicas, justifica-se pelo baixo teor do nutriente na composição do resíduo. A hipótese central do estudo considera o potencial nutricional do resíduo no crescimento e desenvolvimento da cultura, além do efeito da sua suplementação com duas fontes e doses potássicas. O experimento foi conduzido em estufa agrícola por 150 dias nas estações de verão e outono. As mudas produzidas a partir de sementes em viveiro comercial, foram transplantadas para vasos com solo e doses equivalentes a 20 e 40 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto e 60 e 120 Kg ha⁻¹ das fontes KCl ou K₂SO₄. Ao final do período experimental, as plantas foram avaliadas quanto a parâmetros biométricos, atividade metabólica e parâmetros fisiológicos, além do rendimento e composição do óleo essencial das folhas. A aplicação do lodo de esgoto combinado com fontes e doses de potássio alterou todos parâmetros avaliados, quando comparado às plantas do tratamento controle. Em termos nutricionais, a atividade da enzima nitrato redutase foi reprimida em plantas do tratamento com a maior dose do resíduo, denotando efeito de redução na fixação assimilatória do nitrato. Igualmente, para esse tratamento, houve redução no rendimento de óleo essencial no tecido foliar, refletindo em menores teores de citronelal, seu componente principal. O teor de nutrientes em tecidos foliares, caule e raízes variaram em função dos tratamentos, com aumento considerável de macronutrientes, reflexo da alteração da fertilidade do solo. Concluiu-se que o uso do lodo de esgoto como insumo na cultura *Corymbia citriodora* favoreceu o crescimento inicial das plantas, sendo necessário à sua suplementação com fonte potássica. Desta forma, a melhor combinação para o desenvolvimento inicial da espécie sem prejuízos na produção de óleo essencial é a aplicação da dose de 20 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto, suplementado com 120 kg ha⁻¹ de K na fonte de KCl.

Palavras-chave: Adubação orgânica. Resíduo urbano. Nutrição mineral. Fertilidade do solo.

ABSTRACT

The urban population growth has promoted an increase on effluents volume generated by sewage treatment plants. Thus, appropriate recycling practices are necessary to avoid contamination of the environment. The application of these residues as inputs in forest plantations is a viable alternative, with possible effect on productivity. Thus, this study aimed to verify the viability of its application, associated with doses and sources of potassium in the cultivation of the species *Corymbia citriodora*. The supplementation of sewage sludge with potassium is justified by the low content of the nutrient in the waste composition. The central hypothesis of the study considers the nutritional potential of the residue in the growth and development of the crop, in addition to the effect of its supplementation with two sources and potassium doses. The experiment was carried out in an agricultural greenhouse for 150 days in the summer and autumn seasons. Seedlings produced from seeds in a commercial nursery were transplanted into pots with soil and doses equivalent to 20 and 40 Mg ha⁻¹ of sewage sludge and 60 and 120 Kg ha⁻¹ from sources KCl or K₂SO₄. At the end of the experimental period, the plants were evaluated for biometric parameters, metabolic activity and physiological parameters, in addition to the yield and composition of the essential oil in leaves. The application of sewage sludge combined with potassium sources and doses changed all evaluated parameters, when compared to the control treatment plants. In nutritional terms, the activity of the enzyme nitrate reductase was suppressed in treatment plants with higher doses of the residue, showing a reduction effect on the assimilation of nitrate fixation. Also, for this treatment, there was a reduction in the essential oil yield in the leaf tissue, reflecting in lower contents of citronellal, its main component. The nutrient content in leaf tissues, stem and roots varied depending on the treatments, with a considerable increase in macronutrients, reflecting the alteration of soil fertility. It was concluded that the use of sewage sludge as an input in the *Corymbia citriodora* culture favored the initial growth of the plants, being necessary for its supplementation with potassium source. Thus, the best combination for the initial development of the species without prejudice to the production of essential oil is the application of a dose of 20 Mg ha⁻¹ of sewage sludge, supplemented with 120 kg ha⁻¹ of K in the KCl source.

Keywords: Organic fertilization. Urban waste. Mineral nutrition. Soil fertility.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - Mudanças de *Corymbia citriodora* no viveiro da ACIFLORA e local de realização do experimento 25
- Figura 2 - Curva de retenção de umidade volumétrica do solo..... 25
- Figura 3 - Montagem e condução do experimento com mudas da espécie *Corymbia citriodora*..... 28
- Figura 4 - Análises de trocas gasosas, de pigmentos fotossintetizantes, da enzima Nitrato Redutase e extração do óleo essencial das folhas de *Corymbia citriodora*..... 31
- Figura 5 - Separação e identificação dos constituintes químicos do óleo essencial das folhas de *Corymbia citriodora*..... 32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características químicas do Argissolo vermelho-amarelo.....	27
Tabela 2 - Características químicas do lodo de esgoto (base seca).....	27
Tabela 3 - Tratamentos utilizados no experimento.....	28
Tabela 4 - Condutividade elétrica (CE) e análise química dos solos de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	36
Tabela 5 - Concentração de macro e micronutrientes nas folhas de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	42
Tabela 6 - Concentração de macro e micronutrientes no caule de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	42
Tabela 7 - Concentração de macro e micronutrientes nas raízes de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	43
Tabela 8 - Massa seca das folhas (MSF), massa seca do caule (MSC), massa seca das raízes (MSR) e massa seca total (MST) de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	44
Tabela 9 - Altura, diâmetro do caule (DC) e área foliar (AF) de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	45
Tabela 10 - SPAD, clorofila <i>a</i> (Cl <i>a</i>), clorofila <i>b</i> (Cl <i>b</i>), carotenoides, clorofila total (Cl Total) e nitrato redutase (NR) de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	47

Tabela 11 - Análise de correlação simples de Pearson (r) entre clorofila total, teor de N nas folhas e índice SPAD de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	47
Tabela 12 - Fotossíntese líquida (A), condutância estomática (g_s), transpiração (E) e concentração interna de carbono nas células (C_i) de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	48
Tabela 13 - Rendimento e composição química do óleo de <i>Corymbia citriodora</i> submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	49

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	21
2.1	Plantios florestais.....	21
2.2	Lodo de esgoto.....	22
2.3	Adubação potássica.....	23
3	MATERIAL E METODOS	25
3.1	Descrição da área de estudo.....	25
3.2	Caracterização das plantas utilizadas.....	25
3.3	Características do solo utilizado.....	26
3.4	Características do lodo de esgoto.....	27
3.5	Tratamentos com lodo de esgoto e potássio.....	27
3.6	Parâmetros de crescimento.....	28
3.7	Trocas gasosas.....	28
3.8	Teor relativo de clorofila.....	29
3.9	Biomassa.....	29
3.10	Teor de pigmentos fotossintéticos.....	29
3.11	Análise enzimática.....	29
3.12	Análise do tecido vegetal.....	30
3.13	Análise do solo dos tratamentos.....	30
3.14	Extração e rendimento do óleo essencial.....	30
3.15	Análise da composição química do óleo essencial	31
3.16	Dados estatísticos.....	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1	Propriedades químicas dos solos dos tratamentos.....	34
4.2	Análise dos macro e micronutrientes do tecido vegetal.....	39

4.3	Produção de biomassa seca.....	43
4.4	Medidas biométricas.....	44
4.5	Pigmentos fotossintéticos e análise enzimática.....	45
4.6	Trocas gasosas.....	47
4.7	Rendimento e composição química do óleo essencial.....	48
5	CONCLUSÕES.....	50
	REFERÊNCIAS.....	51

1 INTRODUÇÃO

A partir de florestas plantadas, em especial as de eucalipto, são obtidos diversos produtos, como a madeira, que pode ser utilizada para geração de energia, na construção civil, postes, mourões, pisos, chapas, celulose e papel. Algumas espécies florestais podem gerar produtos não madeireiros, principalmente óleos essenciais que são obtidos a partir de suas folhas (WILCKEN et al., 2008).

A espécie *Corymbia citriodora*, era classificada dentro do gênero *Eucalyptus* até meados de 1995, sendo conhecida como *Eucalyptus citriodora*. A partir de então, após discussões acerca das propriedades taxonômicas, ocorreu a alteração sendo *Corymbia* classificado como gênero, passando então a espécie a denominação *Corymbia citriodora* (REIS et. al., 2013).

A espécie é muito utilizada em plantios silviculturais, principalmente para obtenção e produção de óleo essencial a partir das suas folhas, tendo como componente principal o citronelal, utilizado na fabricação de cosméticos, perfumaria e perfumadores de ambiente, além de possuir propriedade antisséptica (SEBEI et al., 2015).

No manejo silvicultural, no que se refere aos tratamentos nutricionais, diversas pesquisas vem trazendo a importância do emprego de resíduos de origem urbana e industrial na fertilização de diversas espécies. No caso específico do lodo de esgoto, o resíduo pode ser utilizado para fins agrícolas e/ou florestais, podendo ser considerado insumo agrícola (LIRA et al., 2008). A aplicação do lodo de esgoto na agricultura ou na área florestal como adubo composto orgânico é regulamentada pelo Decreto 4.954/2004 e limitado pelas Resoluções 375/2006, 380/2006 e 481/2017 (CONAMA) e pelas Instruções Normativas 27/2006 e 25/2009 (MAPA). A resolução do CONAMA nº 375 de 2006 regulamenta e define critérios para o uso do lodo de esgoto, visando os possíveis benefícios para as culturas e evitando os riscos à saúde pública e ao meio ambiente. Por conter patógenos, o Art. 3º da resolução obriga o tratamento para posterior utilização (CONAMA, 2006).

O aproveitamento do lodo de esgoto como fertilizante ou condicionador de solos, representam possibilidades de aumento da produtividade das culturas e ainda

redução no uso de fertilizantes minerais (JUNIO et al., 2011; RIBEIRINHO et al., 2012). A reciclagem do resíduo contribui ecologicamente reincorporando os nutrientes que foram exportados pelas culturas ao solo (ZABOTTO et al., 2019), além do benefício social pela redução do impacto ao meio ambiente.

O lodo de esgoto possui em sua composição nutrientes e elementos que trazem benefícios para o desenvolvimento das plantas, e que estão em sua maioria na forma orgânica. Desta forma, esses elementos são liberados gradualmente no solo, diminuindo o risco de contaminação do meio ambiente. A sua utilização vem sendo estudada na agricultura, devido principalmente ao seu baixo custo de aquisição, sendo inclusive recomendado para fertilização em plantios florestais como fertilizante e/ou condicionador do solo (IBRAHIM et al., 2019).

Dentre os macronutrientes presentes no lodo de esgoto, normalmente o potássio está em baixíssima concentração e, dependendo da necessidade da cultura, precisa ser suplementado, principalmente quando há baixa disponibilidade no solo (ZABOTTO et al., 2018). As concentrações baixas de potássio no resíduo ocorrem devido à retirada da água no processo de separação das águas residuárias dos resíduos sólidos, onde o elemento se encontra solubilizado (LAVEZZO, 2016).

São várias as fontes de fertilizantes potássicos para uso agrícola, dentre as quais se destacam o cloreto de potássio (KCl) e o sulfato de potássio (K_2SO_4). Devido ao íon acompanhante, neste caso, os efeitos no desenvolvimento e no cultivo dos vegetais podem ser distintos (CECÍLIO FILHO; GRANGEIRO, 2004), principalmente em função do íon cloreto ser tóxico para algumas culturas.

Nesse contexto, devido a problemática ambiental que envolve a reciclagem do lodo de esgoto e, levando em consideração a falta do nutriente no resíduo e sua importância para a agricultura e o cultivo de espécies florestais, faz-se necessário alavancar as pesquisas buscando cada vez mais aliar o conceito de sustentabilidade, ocasionado pela reciclagem do resíduo, e produção, através do manejo correto da cultura.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Plantios florestais

Os plantios florestais no Brasil são de suma importância econômica, social e ambiental. O país possui áreas e condições climáticas favoráveis para o aumento da produção, experiência adquirida com o cultivo e pesquisas relacionadas ao plantio, adubação, propagação e melhoramento genético das espécies cultivadas. A partir do cultivo de espécies florestais, foram desenvolvidos inúmeros produtos como papel, celulose, carvão, painéis de madeira, pisos laminados, óleos essenciais dentre outros.

O Brasil possui 7,84 milhões de hectares de reflorestamento, setor responsável por mais de 90% de toda a madeira produzida para utilização na indústria, além de outros produtos que juntos contribuem para a construção de uma economia verde (IBÁ, 2017). Dentre as espécies mais utilizadas para obtenção de óleo essencial, destaca-se o *Eucalyptus globulus*, *Eucalyptus camaldulensis* e o *Corymbia citriodora*. O óleo obtido do *Corymbia citriodora* é um dos mais utilizados na indústria de cosméticos e perfumaria (TOLBA et al., 2015), produtos de limpeza, ceras e ainda possui múltiplas propriedades como ação repelente e antimicrobiana (SALEM et al., 2018), anti-inflamatórias e analgésicas (GBENOU et al., 2013) e inseticidas (MACIEL et al., 2010).

Os óleos essenciais apresentam em sua composição mistura de componentes orgânicos voláteis, e exibem grupos químicos como hidrocarbonetos, álcoois, aldeídos, cetonas, ácidos e ésteres (VITTI, 1999; VIEIRA, 2004). No caso do *Corymbia citriodora*, o óleo contém em sua composição o citronelal, presente em aproximadamente 75% do material e ainda mais de 20 outros componentes voláteis (DOGENSKI et al., 2016).

Vários fatores podem influenciar na quantidade e qualidade do óleo essencial, tais como a idade das folhas, o material genético, o ambiente e, principalmente, o manejo adotado (VITTI; BRITO, 2003). Desta forma, no caso da espécie estudada, deve-se salientar a importância do manejo nutricional da cultura, visando manter a sua produtividade.

2.2 Lodo de esgoto

O crescimento populacional é um dos fatores que contribuem com o aumento da geração de resíduos, favorecendo a poluição e a degradação do meio ambiente, sendo o esgoto urbano o principal poluente dos mananciais. Com tratamento das águas residuais nas ETEs (Estações de Tratamentos de Esgotos) é gerado um resíduo com altos teores de matéria orgânica e nutrientes, que é usualmente descartado nos aterros sanitários, denominado lodo de esgoto ou biossólido (RIGO et al., 2014). A dificuldade para descartar adequadamente o lodo de esgoto gerado nas estações de tratamento é um problema para gestores da área de saneamento, sendo sua destinação realizada em aterros e lixões, na maioria das vezes localizados na periferia das cidades.

A composição do esgoto doméstico pode variar, mas normalmente possui aproximadamente 99,9% de água e 0,1% de sólidos, sendo que o resíduo sólido possui em torno de 70% de matéria orgânica, como proteínas, carboidratos e gorduras e 30% de inorgânicos, constituído por areia, sais e metais. O lodo de esgoto, portanto, é um material rico em matéria orgânica e alto teor de umidade, com elevadas concentrações de nitrogênio e outros minerais que possuem interesse agrônômico (LIMA et al., 2011). Possui macronutrientes essenciais para as plantas como N, P, Ca, Mg e S e, ainda, micronutrientes (COSTA et al., 2018). Assim, devido a sua característica nutricional, o lodo de esgoto possui atributos favoráveis para ser utilizado como adubo orgânico na área agrícola ou florestal. Pode ainda contribuir com a redução no uso de fertilizantes inorgânicos e, através da sua reciclagem, auxiliar no desenvolvimento sustentável das cidades (TRABALLI et al., 2009).

A reciclagem agrícola e florestal do lodo de esgoto pode resultar em aumento na produção de diversas culturas, em especial a de eucalipto (CONTIN et al., 2012; ZABOTTO et al., 2019). Assim, a sua utilização como fertilizante em plantios florestais é viável e promissora, despertando grande interesse agrônômico considerando-se possível economia com fertilizantes minerais, em especial os nitrogenados (PIRES, 2015).

Devido à composição orgânica do lodo de esgoto, esse resíduo pode ser utilizado como condicionador de solo (CARVALHO et al., 2015), melhorando a

agregação das partículas e aumentando a aeração, macroporosidade, microporosidade, porosidade total e a densidade de solo (ARRUDA et al., 2013), elevação do pH, CTC e matéria orgânica (COSTA et al., 2014). Entretanto, o seu uso apresenta restrições, pois pode conter metais pesados que, em elevadas concentrações, causam toxidez nas plantas e normalmente estão em quantidade superior as encontradas nos solos (USMAN et al., 2012; NASCIMENTO et al., 2014; BRANDANI et al., 2019). Por este motivo, para a sua utilização são necessárias análises químicas por conta da variação do teor de macro e micronutrientes, além do monitoramento dos níveis de metais pesados que podem se acumular na cadeia alimentar (OLIVEIRA et al., 2018).

2.3 Adubação potássica

O potássio possui grande importância para a agricultura brasileira, principalmente pelo fato de a maioria dos nossos solos serem pobres neste nutriente. A fertilização com potássio melhora o rendimento das colheitas, tornando o vegetal mais resistente a pragas e doenças. Por outro lado, a falta do nutriente reduz as taxas fotossintéticas, causando comportamento inadequado dos estômatos (NASCIMENTO; LOUREIRO, 2004). O elemento é essencial para as plantas tendo várias funções, principalmente na permeabilidade das membranas das células vegetais (TAIZ; ZEIGER, 2013), maior translocação de produtos fotossintetizados nas folhas, uso eficiente da água pelas plantas (devido a regulação da abertura e fechamento dos estômatos), maior assimilação de carbono dentre outros (MALAVOLTA, 2006).

A maior parte do potássio produzido no mundo (cerca de 90%) está na forma de KCl, porém, outros sais podem ser utilizados como o K_2SO_4 , sendo que a escolha vai depender do tipo de solo, cultura, do preço e disponibilidade (MALAVOLTA, 1996). O KCl possui entre 60 e 62% de K_2O , contribuindo para seu preço ser mais acessível e competitivo quando comparado a outras fontes potássicas. O sulfato de potássio possui 50% de K_2O e 18% de S, sendo indicado para culturas com sensibilidade a altas concentrações de íons cloreto (NASCIMENTO; LOUREIRO, 2004).

Visto a importância econômica e ambiental que envolve a utilização de resíduos, neste caso específico o lodo de esgoto, o seu uso pode trazer benefícios

nutricionais às plantas, propiciando maior desenvolvimento vegetal em um sistema de produção mais sustentável. Assim, o presente trabalho teve como objetivo estudar a viabilidade técnica da aplicação de lodo de esgoto de origem urbana e fontes e doses de potássio sobre o crescimento, desenvolvimento inicial e produção de óleo essencial de *Corymbia citriodora*.

3 MATERIAL E METODOS

3.1 Descrição da área de estudo

Os experimentos foram conduzidos em estufa agrícola localizada no Instituto de Biociências – IB/UNESP, Botucatu, SP, nas coordenadas geográficas 22°53'42.4"S 48°29'36.6"W e altitude de 815 m. O Método de Thornthwaite descreve o clima como úmido, com pequena deficiência hídrica em abril, julho e agosto; mesotérmico e com evapotranspiração potencial anual de 945,15 mm, sendo concentrada na estação de verão (Thornthwaite, 1948). De acordo com os dados da estação meteorológica da universidade, a temperatura média no período experimental foi de 19,9 °C, sendo a média mínima de 14,3 °C e a máxima de 25,7 °C. A umidade média relativa do ar foi de 65,1% com média mínima de 44,8% e máxima de 88,1%.

3.2 Caracterização das plantas utilizadas

As mudas da espécie *Corymbia citriodora* foram produzidas via sementes e fornecidas pelo viveiro da Associação de Recuperação Florestal e Ecológica da Região de Bauru (SP) – ACIFLORA, em excelentes condições fitossanitárias e fisiológicas, com aproximadamente seis meses de idade (altura 0,37 m e diâmetro do caule 2,25 mm).

Figura 1 - Mudanças de *Corymbia citriodora* no viveiro da ACIFLORA (A) e local de realização do experimento (B)

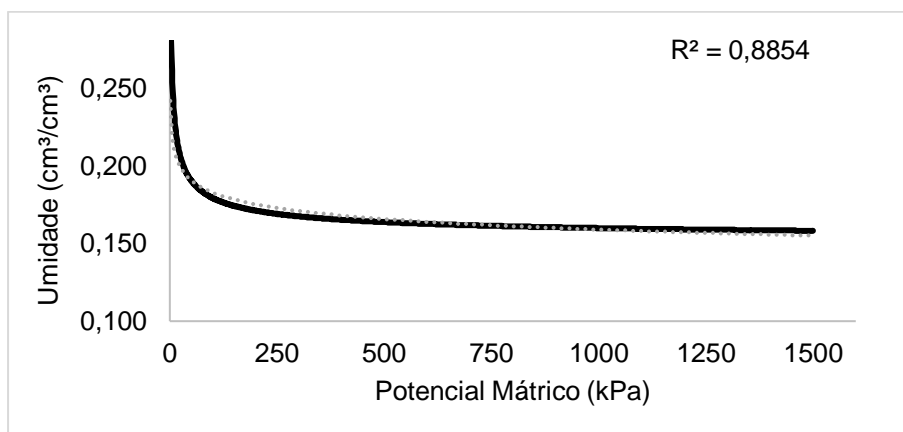


Fotos: Alessandro Reinaldo Zabotto - 2019

As mudas foram transplantadas para vasos de polietileno com capacidade de 18 L. Diariamente, monitorou-se a condutividade elétrica da solução do solo (ECp –

dS m⁻¹), com auxílio do equipamento HH2 Moisture Meter, acoplado a Sensor WET-2 (Delta-T Devices®). A irrigação das plantas foi realizada por sistema de gotejamento com vazão média 1,0 L h⁻¹ conectados a distribuidores com 2 saídas e fixada uma haste por vaso. Para o manejo da irrigação, instalou-se dois tensiômetros (punção) por tratamento a uma profundidade de 0,15 m. O monitoramento da tensão de água no solo foi feito diariamente com o auxílio de um tensímetro digital. Os valores de tensão foram convertidos em umidade volumétrica com base na curva de retenção de água no solo (VAN GENUCHTEN, 1980), apresentados na figura 2. Os tratamentos foram mantidos a uma tensão média de 10 kPa, correspondente à tensão de capacidade de campo do solo.

Figura 2 - Curva de retenção de umidade volumétrica do solo



3.3 Características do solo utilizado

A Tabela 1 resume as características do solo utilizado no experimento. Conforme EMBRAPA (2013) e Quaggio et al. (1994), o solo foi classificado como Argissolo vermelho-amarelo com textura arenosa, apresentando 79% areia, 16% argila e silte 5%. O solo foi coletado na Fazenda São Manuel – FCA/UNESP, em profundidades abaixo de 20 cm, sendo realizada análise química conforme a metodologia proposta por Raij (2001). Para elevação dos teores de Ca e Mg, incorporou-se 2 Mg ha⁻¹ de calcário agrícola (PRNT 86%) conforme RAIJ et al. (1997).

Tabela 1 - Características químicas do Argissolo vermelho-amarelo utilizado no experimento

pH	M.O.	P _{resina}	H+Al	K	Ca	Mg	SB	CTC	V%	B	Cu	Fe	Mn	Zn
CaCl ₂	g dm ⁻³	mg dm ⁻³		-----	mmolc dm ⁻³	-----		-----		-----	mg dm ⁻³	-----		-----
4,1	6	3	26	0,5	6	2	9	35	26	0,32	2,2	10	1,8	0,9

3.4 Características do lodo de esgoto

O lodo de esgoto utilizado (Tabela 2), foi gerado pela ETE – Estação de Tratamento de Esgoto da SABESP em Botucatu-SP, na FCA/UNESP - Fazenda Experimental Lageado. Após a coleta, o resíduo permaneceu na baia de secagem por aproximadamente 45 dias, apresentando temperaturas elevadas (acima de 55°C), que possibilitaram a desinfestação (Art. 3º da Resolução CONAMA nº 375/2006) e secagem do material, que ao final apresentava 20% de umidade.

Tabela 2 - Características químicas do lodo de esgoto (base seca)

N	P ₂ O ₅	K ₂ O	Ca	Mg	S	Umidade	M.O.	C.O.
----- % (ao natural) -----								Seca
2,8	3,5	0,1	1,5	0,4	0,4	20	37	26
Na	B	Cu	Fe	Mn	Zn	C/N	pH	
----- mg kg ⁻¹ (ao natural) -----							(ao natural)	
1132	145	185	33793	259	701	7/1	5,8	

3.5 Tratamentos com lodo de esgoto (base seca) e potássio

O solo recebeu suplementação de lodo de esgoto e duas fontes e doses potássicas, os quais se constituíram nos tratamentos (T1 – controle e T2 a T9), descritos na Tabela 3. O material foi incorporado ao solo, com auxílio de betoneira, incluindo a aplicação do calcário agrícola. Após a incorporação dos materiais, os vasos foram cobertos e mantidos por 40 dias para garantir a reação de neutralização. Após o plantio, foram aplicados inseticida e fungicida visando manter as mudas saudáveis no decorrer do experimento. Todas as avaliações foram realizadas aos 150 dias após o transplante das mudas (DAT), incluindo as análises de teor e composição dos óleos essenciais.

Tabela 3 - Tratamentos utilizados no experimento

Tratamento 1	Solo (Controle)
Tratamento 2	20 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 60 kg ha ⁻¹ de K (KCl)
Tratamento 3	20 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 60 kg ha ⁻¹ de K (K ₂ SO ₄)
Tratamento 4	20 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 120 kg ha ⁻¹ de K (KCl)
Tratamento 5	20 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 120 kg ha ⁻¹ de K (K ₂ SO ₄)
Tratamento 6	40 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 60 kg ha ⁻¹ de K (KCl)
Tratamento 7	40 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 60 kg ha ⁻¹ de K (K ₂ SO ₄)
Tratamento 8	40 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 120 kg ha ⁻¹ de K (KCl)
Tratamento 9	40 Mg ha ⁻¹ de lodo de esgoto + 120 kg ha ⁻¹ de K (K ₂ SO ₄)

Figura 3 - Montagem (A) e condução do experimento (B) com mudas da espécie *Corymbia citriodora*

Fotos: Alessandro Reinaldo Zabotto - 2019

3.6 Parâmetros de crescimento

Para a biometria, foram mensurados o diâmetro do caule (DC), com paquímetro digital (precisão de 0,01 mm), a 2 cm do solo, e a altura das plantas, por fita métrica, medida do colo até o topo da planta. As medidas de área foliar total (AF) das plantas foram realizadas com auxílio do integrador Li-3100C (*LI-COR*®), em cm².

3.7 Trocas gasosas

A avaliação das trocas gasosas foi realizada utilizando o equipamento portátil IRGA, modelo LI-6400 (*LI-COR*®). Antes das leituras das trocas gasosas, foi determinada a curva de saturação luminosa da espécie. O equipamento foi ajustado para trabalhar com fluxo de ar de 400 μmol s⁻¹, temperatura da folha de 25±1 °C e concentrações de CO₂ e H₂O dentro da câmara de medição em torno de 400±1 μmol mol⁻¹ e 21±1 mmol mol⁻¹, respectivamente. Depois de determinada a curva de

irradiância foram avaliadas as variáveis: taxa fotossintética líquida (A), transpiração (E), condutância estomática (g_s) e concentração interna de carbono (C_i). As leituras foram realizadas no período da manhã em um ramo do terço médio das plantas ($n=10$), em folhas completamente expandidas (recém maduras) e totalmente expostas a radiação solar.

3.8 Teor relativo de clorofila

Para estimar o teor relativo de clorofila, foi utilizado o equipamento portátil SPAD-502 Plus (KONICA-MINOLTA®), o qual registra o índice de cor verde das folhas (ICV). As análises foram realizadas em todas as plantas dos tratamentos, utilizando-se três folhas de cada planta completamente expandidas.

3.9 Biomassa

As plantas dos diferentes tratamentos foram seccionadas em folhas, caule e raízes. O material foi colocado em sacos de papel Kraft identificado e seco em estufa a 65 °C, até massa constante, para a determinação da biomassa seca.

3.10 Teores de pigmentos fotossintéticos

Para a avaliação do conteúdo de pigmentos fotossintetizantes, discos foliares de três plantas de cada tratamento (0,150 g de massa de matéria fresca) foram transferidas para tubos de ensaio contendo 1 mL de dimetilformamida (DMF) e mantidos por 48h no escuro. O extrato contendo clorofilas solubilizadas foi analisado em espectrofotômetro a $\lambda = 649$ nm (clorofila *a*), 665 nm (clorofila *b*) e 470 nm (carotenoides). A partir dos valores de absorvância determinados, as concentrações de clorofilas *a* e *b*, clorofila total e carotenoides foram calculadas e expressas em $\mu\text{g cm}^{-2}$ (LEE et al., 1987).

3.11 Análise da atividade da enzima Nitrato Redutase

As amostras foliares foram coletadas no período matutino, tomando-se a precaução de garantir ao menos duas horas de exposição à luz. A enzima foi determinada *in vivo*, a partir da infiltração dos tecidos com tampão suplementado com

KNO₃, sendo que a atividade foi expressa em nM NO₂ h⁻¹g⁻¹ MF convertido pela enzima (RADIN, 1973).

3.12 Análise do tecido vegetal

As folhas, caule e raízes, após a secagem em estufa de ar (65 °C), foram triturados em moinho de faca e enviados ao laboratório de Nutrição Mineral de Plantas da FCA - UNESP, Botucatu, SP, para análise dos teores de macronutrientes (nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio, magnésio e enxofre) e micronutrientes (boro, cobre, ferro, manganês e zinco).

3.13 Análise do solo dos tratamentos

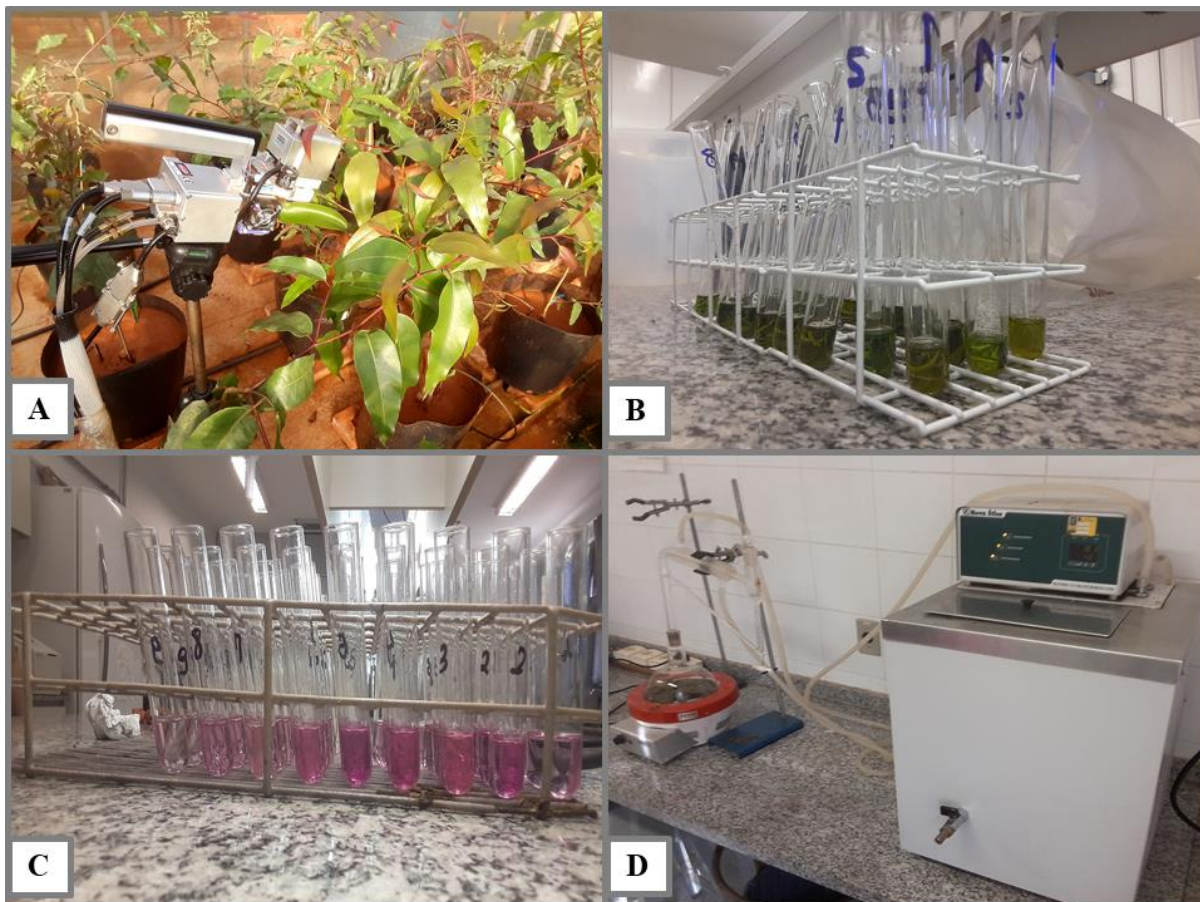
O solo de cada tratamento foi seco em estufa com circulação de ar (45 °C), peneirado em malha de 2 mm e enviado ao Laboratório de Análises de Solos da FCA - UNESP, Botucatu, SP, para análise de macronutrientes (nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio, magnésio e enxofre) e micronutrientes (boro, cobre, ferro, manganês e zinco).

3.14 Extração e rendimento do óleo essencial

A extração do óleo essencial das folhas de cada tratamento foi feita pela técnica de hidrodestilação, com o auxílio do aparelho Clevenger modificado. As amostras com 50 g de cada planta foram acondicionadas em balões com 500 mL de água destilada. A extração foi realizada no período de duas horas, calculada após o início da fervura (MATOS, 1988). O cálculo do teor percentual do óleo essencial nas folhas foi feito de acordo com a expressão:

$$T (\%) = \text{Massa do óleo g/50g} \times 100.$$

Figura 4 - Análises de trocas gasosas (A), de pigmentos fotossintetizantes (B), da enzima Nitrato Redutase (C) e extração do óleo essencial das folhas de *Corymbia citriodora*



Fotos: Alessandro Reinaldo Zabotto - 2019

3.15 Análise da composição química do óleo essencial

A análise qualitativa da composição do óleo essencial foi realizada em cooperação com o Laboratório de Óleos Essenciais do Instituto Agrônomo de Campinas - IAC. A separação foi conduzida em cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (CG-EM, QP 5000 – Shimadzu®) dotado de coluna capilar OV-5 MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m) e hélio (99,9999% de pureza) como gás de arraste (vazão: 1 mL min⁻¹). O sistema operado no modo *full scan*, com impacto de elétrons (70 eV), e faixa de 40 a 450 m/z. O injetor mantido a 220 °C, com divisão de vazão do gás de arraste (*split*) na razão de 1:20, seguindo a programação da temperatura de 60 – 240 °C (3 °C min⁻¹). A temperatura da interface foi mantida em 240 °C. As amostras de óleo essencial foram diluídas em acetato de etila (1 mg mL⁻¹) e injetado 1 μ L de solução.

A análise quantitativa dos óleos essenciais foi realizada em cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama (CG-DIC, Shimadzu®, CG-2010/AOC-20i), dotado de coluna capilar de sílica fundida OV - 5 (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm, Ohio Valley Specialty Chemica®, hélio como gás de arraste (vazão de 1,0 mL min⁻¹), injetor a 280 °C, detector a 300 °C, *split* 1:20 e o mesmo programa de temperatura do sistema CG-EM.

A identificação dos constituintes químicos foi efetuada por meio da análise comparativa dos espectros de massas das substâncias com a biblioteca *National Institute of Standards and Technology* (Nist 62.lib) e os índices de retenção de literatura das substâncias (ADAMS, 2007). Os índices de retenção calculados foram obtidos a partir da injeção da mistura de n-alcenos (C9-C24, Sigma® - USA) nas mesmas condições cromatográficas das amostras, utilizando-se a equação de Van den Dool (1963).

Figura 5 - Separação (A) e identificação dos constituintes químicos (B) do óleo essencial das folhas de *Corymbia citriodora*



Fotos: Alessandro Reinaldo Zabotto - 2019

3.16 Dados Estatísticos

O modelo adotado foi em blocos inteiramente casualizados, com 9 tratamentos e 15 repetições dispostas em 3 blocos, totalizando 135 plantas. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste Tukey, a 5% de probabilidade. Adicionalmente, foi realizada análise de correlação linear de Pearson ($p \leq 0,01$) e ($p \leq 0,05$) entre os índices SPAD, clorofila e teor de N nas folhas

das plantas. Os cálculos foram realizados com auxílio do pacote estatístico Sisvar 5.3 (FERREIRA, 2019).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Propriedades químicas dos solos dos tratamentos

O experimento foi conduzido por 150 dias, após a incorporação dos tratamentos. Nesse período, foram registradas alterações significativas ($p < 0,05$) nas propriedades químicas do solo, conforme resumido na Tabela 4.

Entre os resultados encontrados, observou-se que a adição das doses de lodo de esgoto e potássio (incluindo as fontes) reduziram significativamente o pH, sendo que a maior acidez (4,0 unidades) foi registrada no solo dos tratamentos 7 e 8. Os teores de Al^{3+} variaram de 0 (T1 - controle) até 7 mmolc dm^{-3} (T7). O potencial de acidez do solo (H+Al) alcançou as maiores médias nos tratamentos 6, 7 e 8, porém diferiram estatisticamente dos demais tratamentos. O incremento dos teores de Al^{3+} e, conseqüentemente, elevação dos valores de H+Al, pode ter ocorrido como reflexo da acidificação do solo após aplicação de lodo de esgoto. Neste caso, a causa pode ser atribuída à produção de ácidos orgânicos durante a mineralização da matéria orgânica ou devido a reações de nitrificação do nitrogênio amoniacal (SUI; THOMPSON, 2000; SIMONETE et al., 2003). Por outro lado, a aplicação de CaO para condicionar quimicamente o lodo de esgoto, em estações de tratamento, pode contribuir para a elevação do pH do solo, o qual deverá apresentar menores valores de Al^{3+} e H+Al (OLIVEIRA et al., 2002; GUEDES et al., 2006; BERTON; NOGUEIRA, 2010). Desta forma, esta variação pode ser associada a diferentes características dos lodos de esgoto, como o local de origem e o tipo de tratamento recebido. Cabe destacar que as espécies de eucalipto são normalmente adaptadas a solos ácidos, fator que não interfere no seu desenvolvimento (ZABOTTO et al., 2019).

A condutividade elétrica (CE) e a matéria orgânica (M.O) aumentaram significativamente em todos tratamentos (T2-T9), quando comparados ao controle (T1). A CE variou de 0,92 (T1 - controle) a 3,46 $dS\ m^{-1}$ com a aplicação da maior dose do lodo de esgoto e potássio (T8). Fatores como o nível de salinidade, textura, teor de água e propriedades químicas podem influenciar na CE dos solos (MOLIN; RABELLO, 2011). Apaolaza et al. (2005) avaliaram os efeitos da aplicação de lodo de esgoto na produção de mudas de três espécies arbóreas (*Pinus pinea*, *Cupressus arizonica* e *Cupressus sempervirens*). Neste ensaio, os autores observaram que os índices de

CE atingiram até $9,3 \text{ dS m}^{-1}$, não influenciando no desenvolvimento das plantas. Portanto, algumas espécies florestais têm se mostrado tolerantes as alterações na CE. No presente estudo, e baseado nos índices de crescimento avaliados, também foi possível verificar que as alterações na CE do solo não tiveram impacto negativo no desenvolvimento das plantas.

O lodo de esgoto quando apresenta baixa relação carbono/nitrogênio (C/N), pode aumentar proporcionalmente o teor de M.O no solo, à medida que se elevam as doses de aplicação. Este efeito tem relação principalmente com o elevado grau de humificação do resíduo no solo (PIGOZZO et al., 2008). Esta característica foi detectada no presente ensaio, quando se verificou incremento da M.O. do solo em função do aumento das doses do resíduo. Entretanto, com o tempo de cultivo, o teor de M.O. tende a diminuir, possivelmente pela ação microbiana na fase de mineralização (BLAGODATSKAYA; KUZUYAKOV, 2008). Leite (2012) trabalhou com *Eucalyptus urograndis* com o objetivo de analisar doses de lodo de esgoto e cinzas de biomassa nas quantidades entre 10 e 20 Mg ha^{-1} . Ao final do experimento, concluiu que os solos que receberam os tratamentos com os resíduos continham níveis inferiores de M.O., comparado ao solo utilizado no início do experimento.

A soma de bases (SB) e a capacidade de troca de cátions (CTC) apresentaram maiores médias com a aplicação dos tratamentos com lodo de esgoto e potássio, com diferenças significativas observadas no tratamento 6. A maior SB pode ser consequência dos altos teores de Ca no resíduo, proporcionado pelos tratamentos com a maior dose (40 Mg ha^{-1}). Houve incremento na saturação de bases (V%) em função das doses com lodo de esgoto e potássio. A maior média da V% foi obtida no tratamento controle (T1), com 71%. Comumente, os valores da V% tendem ao decréscimo com a diminuição do pH, o que não foi observado neste experimento. Esses resultados podem estar associados com os aumentos dos teores trocáveis de Ca, Mg e K advindos da aplicação de lodo de esgoto e adubação mineral.

Tabela 4 - Condutividade elétrica (CE) e análise química dos solos de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

		Tratamentos								
		T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
CE	dS m ⁻¹	0,92 d	2,72 abc	2,32 c	2,36 c	2,6 bc	3,14 ab	3,26 ab	3,46 a	3,03 abc
pH	CaCl ₂	6,1 a	4,5 b	4,6 b	4,5 b	4,5 b	4,1 d	4,0 d	4,0 d	4,3 c
M.O.	g dm ⁻³	7 c	7 c	7 c	9 a	8 ab	9 a	9 a	9 a	8 ab
P-resina	mg dm ⁻³	2 e	16 d	16 d	19 cd	20 cd	47 a	41 b	35 b	24 c
Al ³⁺		0 f	3 d	3 d	3 d	2 e	5 b	7 a	6 b	4 c
H+Al		13 c	25 b	26 b	23 b	21 b	33 a	37 a	33 a	26 b
K	mmolc dm ⁻³	0,6 e	1,0 cd	0,7 de	2,0 a	1,2 bc	1,3 bc	1,4 b	2,4 a	2,3 a
Ca		23 cd	22 cd	21 d	28 bcd	25 bcd	39 a	31 b	29 bc	27 bcd
Mg		8 cd	9 bcd	8 d	11 a	10 ab	11 a	11 a	10 abc	9 bcd
SB		32 cd	33 cd	30 d	41 b	37 bcd	52 a	44 ab	42 b	39 bc
CTC		46 e	58 d	57 d	65 cd	58 d	86 a	82 ab	75 bc	65 cd
V%		71 a	56 bcd	54 d	64 ab	63 abc	60 bcd	54 d	56 cd	59 bcd
S		15 f	211 d	153 e	196 d	199 d	338 c	437 a	303 c	389 b
B	mg dm ⁻³	0,15 c	0,19 b	0,22 ab	0,25 a	0,20 b	0,21 b	0,21 ab	0,19 b	0,18 b
Cu		0,9 e	1,2 c	1,1 d	1,2 c	1,2 c	1,5 a	1,5 a	1,5 a	1,4 b
Fe		5 e	23 d	23 d	22 d	24 d	47 a	49 a	42 b	34 c
Mn		1,5 h	3,1 f	3,4 e	3,3 ef	2,7 g	5,4 c	6,4 a	5,7 b	4,5 d
Zn		0,2 g	3,4 de	3,1 ef	3,0 f	3,4 d	7,4 a	7,1 a	5,9 b	4,7 c

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

Foram observadas alterações significativas nos teores de P, K, Ca e Mg com a aplicação dos tratamentos com lodo de esgoto e potássio. Considerando-se a nomenclatura de classificação (RAIJ et al., 2001), os teores de P atingiram valores altos (entre 10 e 20 mg dm⁻³) com a aplicação de 20 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto (T2, T3, T4 e T5); muito altos (>20 mg dm⁻³) com 40 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto (T6, T7, T8 e T9), obtendo a maior média (47 mg dm⁻³) no tratamento 6. Em solos de regiões destinadas a plantios florestais, teores de P são normalmente baixos, sendo necessário adubação de plantio em maiores quantidades que outros nutrientes (BELLOTE, 2003). O P é o elemento mais exigido na fase de crescimento inicial da cultura (SILVEIRA et al., 2005; STAHL, 2009), sendo que o K tem comportamento oposto, sendo requerido na fase juvenil e adulta. Portanto, o potássio representa o nutriente mais limitante à produtividade da cultura do eucalipto (SILVEIRA; MALAVOLTA, 2000).

No presente ensaio, houve necessidade de aplicação de K, considerando-se a baixa concentração no lodo de esgoto (0,1%). Pela análise do solo, em função das doses aplicadas, o K apresentou concentrações proporcionais aos tratamentos aplicados, independente da fonte utilizada (KCl ou K₂SO₄). Por outro lado, o resíduo possui considerável teor de P (2,8%) e a aplicação no solo, possivelmente, aumentou a disponibilidade do nutriente. Como observado por Guedes (2006) em experimento com mudas de *Eucalyptus grandis*, a aplicação de doses de lodo de esgoto em até 160 Mg ha⁻¹ elevaram os níveis de P a valores superiores a 20 vezes, comparado ao tratamento controle, inclusive com a aplicação da menor dose do resíduo (10 Mg ha⁻¹).

Com relação aos teores de Ca, foram observadas médias superiores no solos que receberam os tratamentos com a maior dose do lodo de esgoto (T6, T7, T8 e T9). Esse resultado foi alcançado devido ao sinergismo entre a concentração do elemento no resíduo (1,8%) e a proveniente do processo de calagem (2 Mg ha⁻¹) realizada preliminarmente ao ensaio. Quanto ao Mg, o maior teor (11 mmolc dm⁻³) foi observado com a aplicação dos tratamentos 4, 6 e 7. Neste estudo, foram adicionados ao solo aproximadamente 300 kg ha⁻¹ (T2, T3, T4 e T5) e 600 kg ha⁻¹ (T6, T7, T8 e T9) de Ca, e 80 kg ha⁻¹ (T2, T3, T4 e T5) e 160 kg ha⁻¹ (T6, T7, T8 e T9) de Mg, através da incorporação do lodo de esgoto.

A disponibilidade do S foi influenciada pelas doses de lodo de esgoto, sendo as maiores médias deste nutriente observada com a aplicação da maior dose do resíduo (40 Mg ha⁻¹ – T6, T7, T8 e T9), com o tratamento 7 diferindo significativamente dos demais. Cabe ressaltar que o resíduo possui 0,4% de S em sua composição, que está associado a matéria orgânica. Assim, com a aplicação da maior dose do resíduo, foram adicionados ao solo aproximadamente 160 kg ha⁻¹ de S, que é liberado para absorção pelas plantas em função do processo de mineralização. Em experimento com o uso de lodo de esgoto (0, 10, 20, 30, 40 e 50 Mg ha⁻¹) em um Argissolo, Simonete et al. (2003) verificaram que os teores de S decresceram conforme o aumento das doses do resíduo, apresentando comportamento quadrático. Segundo os autores, essa redução pode ter ocorrido pela menor taxa de mineralização da M.O., ocasionada pela alta acidez do solo.

Portanto, de maneira geral, pode-se resumir que a aplicação do lodo de esgoto aumentou os teores de macronutrientes do solo, estando em conformidade com as recomendações para o cultivo da espécie, e conforme a interpretação de disponibilidade de nutrientes no solo estabelecidos para culturas florestais no estado de São Paulo (RAIJ et al., 2001).

Efeitos significativos foram observados nas concentrações de micronutrientes no solo (Tabela 4) em relação ao tratamento controle (T1). Cabe ressaltar que os teores de micronutrientes com potencial de contaminação adicionados aos solos pela mais alta dose de lodo de esgoto (40 Mg ha^{-1}), ficaram abaixo dos limites recomendados pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2006). Entretanto, alguns microelementos como Cu ($> 0,8 \text{ mg dm}^{-3}$), Fe ($>12 \text{ mg dm}^{-3}$) e Zn ($>1,2 \text{ mg dm}^{-3}$) apresentaram concentração acima dos valores considerados adequados para culturas florestais no Estado de São Paulo, segundo Raij et al. (2001). Essas quantidades, embora elevadas, não significam que esses íons estejam em formas prontamente assimiláveis pelas plantas, podendo permanecer por longos períodos sem serem absorvidos em quantidades tóxicas (SIMONETE; KIEHL, 2002).

Os teores de Cu, Fe e Zn aumentaram com a aplicação da maior dose de lodo de esgoto (40 Mg ha^{-1}) contida nos tratamentos 6, 7, 8 e 9, com diferenças significativas no T6, T7 e T8 para o Cu e T6 e T7 para o Fe e Zn. A maior disponibilidade destes metais pode ocorrer devido ao meio acidificado, sendo favorável à solubilização. Mesmo assim, os valores encontrados não são considerados tóxicos. O tipo de solo também influencia na mobilidade dos metais pesados, devido a composição mineralógica (BARCELLOS et al., 2015), assim como os atributos químicos, como pH, CTC, M.O., entre outros, que influenciarão as reações de adsorção e dessorção, precipitação e dissolução, complexação e oxirredução (OLIVEIRA; MATTIAZZO, 2001).

A menor média de B foi observada no tratamento controle ($0,15 \text{ mg kg}^{-1}$) com valor máximo de $0,25 \text{ mg kg}^{-1}$ no tratamento 4. A ausência ou quantidades menores de B que a requerida para o cultivo inicial de *Corymbia citriodora* pode resultar em menores parâmetros de crescimento, tanto da parte aérea como radicular (PRADELA et al., 2018). O Mn ficou dentro do recomendado (T1, T2, T3, T4 e T5) e com concentrações acima do ideal nos demais tratamentos ($>5,0 \text{ mg dm}^{-3}$). Variações nos

teores de micronutrientes podem ocorrer de acordo com a origem do resíduo, mas, normalmente, a aplicação no solo não atinge os níveis máximos indicados pelos órgãos ambientais. Desta forma, a aplicação do lodo de esgoto no solo pode substituir, ainda que parcialmente, a adubação com fertilizantes minerais (NOGUEIRA et al., 2008), principalmente em solos destinados a plantios florestais, visto que as espécies utilizadas na silvicultura comercial (*Eucalyptus/Corymbia*) são cultivadas em solos de baixa fertilidade e elevada acidez.

4.2 Análise dos macro e micronutrientes do tecido vegetal

Os macro e micronutrientes liberados no solo pela aplicação dos tratamentos com lodo de esgoto e potássio influenciaram positivamente nas características químicas das folhas (Tabela 5), caule (Tabela 6) e raízes (Tabela 7) das plantas de *Corymbia citriodora*.

Foram observados maiores teores de N nas folhas das plantas que receberam os tratamentos com lodo de esgoto (T2-T9), mostrando o potencial do resíduo no fornecimento do elemento para a cultura. O teores encontrados estão dentro da faixa considerada adequada para o crescimento inicial (KERBAUY, 2008), variando de 22 a 24 g kg⁻¹. Os valores de absorção do N foram refletidos positivamente nas medidas de biomassa e biométricas das plantas conforme (Tabelas 8 e 9). O N disponível para as plantas no solo decorre da mineralização da matéria orgânica (CANTARELLA, 2007), que no caso do lodo de esgoto aplicado no ensaio, contém aproximadamente 37% de M.O. e 2,8% de N (Tabela 2).

O maior teor de P nas folhas foi observado com a aplicação do tratamento 5 (2,9 g kg⁻¹). Os tratamentos 5 e 7 foram os mais efetivos para o caule, com concentração de 1,3 g kg⁻¹. A análise das raízes indicou que o tratamento 6 apresentou o maior acúmulo de P, com 2,2 g kg⁻¹. A adição das doses de lodo de esgoto no solo promoveu maior disponibilidade do nutriente em solução, propiciando maior absorção de P pelas plantas comparativamente ao tratamento controle (T1) em todos os órgãos analisados, sendo considerada adequada para o crescimento da espécie (RAIJ et al., 1997). Em trabalho com objetivo de testar doses de lodo de esgoto em mudas de *Eucalyptus urograndis*, Bertolazi et al. (2017) aplicaram quantidades que variaram entre 25 e 75% do volume de vasos com o resíduo. As

plantas, aos 75 DAT, apresentaram teores foliares de P considerados suficientes para o desenvolvimento inicial da espécie, com 1,06 g kg⁻¹.

As maiores médias de Ca e Mg nas folhas (15 e 3,3 g kg⁻¹) e caule (13 e 2,3 g kg⁻¹) foram observadas no tratamento controle (T1). Tal efeito pode ser ocasionado provavelmente pelo efeito de diluição/concentração dos nutrientes nas plantas, que nos demais tratamentos tiveram medidas biométricas muito superiores (Tabela 9). Para o correto desenvolvimento da cultura, recomenda-se teores foliares acima de 6 g kg⁻¹ de Ca e 3,5 de Mg (RAIJ et al., 1997), sendo o Ca o nutriente com maior teor acumulado pelo caule das plantas. Lira et al. (2008) trabalhando com a espécie *Eucalyptus grandis*, indicou que o uso do lodo de esgoto como fertilizante atendeu a demanda de Ca e Mg para a cultura, com a aplicação da dose com 10 Mg ha⁻¹, sendo significativamente igual as plantas que receberam adubação via fertilizantes minerais.

Diferenças estatísticas foram observadas para o S, com maior média de absorção nas raízes das plantas que receberam os tratamentos 4, 6, 7 e 8, seguido pelas folhas (T7 – 2,1 g kg⁻¹) e caule (T6, T7 e T8 – 1,2 g kg⁻¹). O S foi o macronutriente menos requerido estando em menor quantidade nas folhas e caule das plantas. Recomenda-se que o teor de S nas folhas de eucalipto fique entre 1,5 e 2,0 (RAIJ et al., 1997). Assim, o teor encontrado pode ser considerado adequado em todas as plantas expostas aos tratamentos com lodo de esgoto e potássio. Desta forma, a ordem decrescente do teor dos macronutrientes nas folhas foi N > K > Ca > P > Mg > S; no caule Ca > K > N > Mg > P > S e nas raízes foi de N > Ca > K > S > Mg > P.

Em relação aos micronutrientes (B, Cu, Fe, Mn e Zn), apesar de demandados em pequenas quantidades, tem a mesma importância que os macronutrientes, tendo efeito direto no desenvolvimento das plantas (KIRKBY; RÖMHELD, 2007). O maior teor de B (29 mg kg⁻¹) foi absorvido pelas folhas das plantas submetidas ao tratamento controle (T1), seguido pelas raízes e caule. O B pode limitar a produtividade do eucalipto (GONÇALVES et al., 2015) e a concentração nas folhas pode variar com a idade fenológica. Porém, o maior acúmulo ocorre na região apical da planta, seguido pelas regiões basais (caule, ramos e raízes) (LEITE, 2010).

O Fe teve maior concentração nas raízes das plantas que receberam os tratamentos com lodo de esgoto, com o tratamento 6 diferindo estatisticamente dos

demais, com 2.051 mg kg^{-1} . Nas folhas, absorção máxima se deu com a aplicação do tratamento controle (T1), com 206 mg kg^{-1} . Concentrações de Fe nas folhas maiores que 131 mg kg^{-1} podem ser consideradas tóxicas (PREZOTTI; MARTINS, 2013). O lodo de esgoto possui níveis consideráveis de Fe em sua composição, neste caso específico $33.793 \text{ mg kg}^{-1}$, ainda assim, não foram observados sinais de fitotoxidez em todas as plantas dos tratamentos aplicados. Cabe ressaltar que variações nutricionais podem acontecer devido a um elemento poder estimular ou inibir a absorção de outro (sinergia/antagonismo entre íons), que são de natureza fisiológica, podendo ocorrer durante a absorção ou na translocação dos nutrientes das raízes para a parte aérea (SHUKLA MUKHI, 1979; MARSCHNER, 2012).

Foram observadas variações nos teores foliares de Cu, Mn e Zn com a aplicação das doses com lodo de esgoto (20 ou 40 Mg ha^{-1}). Os maiores teores de Cu (12 mg kg^{-1}) foram obtidos com a aplicação do tratamento 8. Porém, as raízes das plantas que receberam as doses de lodo de esgoto apresentaram as maiores médias, variando entre 11 e 27 mg kg^{-1} , sugerindo menor translocação para a parte aérea. A maior absorção de metais pelas raízes pode evitar efeitos fitotóxicos, sendo estas espécies consideradas resistentes, podendo ser indicadas para plantio em áreas contaminadas (ZABOTTO et al., 2020). Para atingir níveis tóxicos em várias espécies, as concentrações de Cu devem estar entre 20 a 100 mg kg^{-1} na massa seca da parte aérea (KABATA-PENDIAS; PENDIAS, 2001).

O Mn alcançou médias nas folhas que variaram entre 220 (T1 – controle) a 889 mg kg^{-1} (T8), sendo menos absorvido pelo caule e raízes das plantas. As espécies podem diferir nas concentrações foliares de Mn, variando de 30 a 500 mg kg^{-1} (CLARKSON, 1988), sendo considerado deficiência teores abaixo de 20 mg kg^{-1} (MARSCHNER, 1995). Os maiores teores de Zn foram absorvidos pelas folhas e raízes das plantas que receberam o tratamento 7 (104 e 105 mg kg^{-1}), com diferenças estatísticas entre os tratamentos com lodo de esgoto e o controle (T1). O teor observado nas folhas é 3 vezes maior que o recomendado para a cultura (RAIJ et al., 1997), porém, a espécie se mostrou resistente devido a não serem observados sintomas de fitotoxidez. Deste modo, a ordem decrescente do teor dos micronutrientes avaliados nas folhas foi $\text{Mn} > \text{Fe} > \text{Zn} > \text{B} > \text{Cu}$; no caule $\text{Mn} > \text{Zn} > \text{Fe} > \text{B} > \text{Cu}$ e no sistema radicular $\text{Fe} > \text{Mn} > \text{Zn} > \text{B} > \text{Cu}$.

Tabela 5 - Concentração de macro e micronutrientes nas folhas de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
	----- g kg ⁻¹ -----								
N	18 b	22 ab	22 ab	20 ab	24 a	23 a	22 ab	21 ab	20 ab
P	1,5 e	2,4 bc	2,0 d	2,5 b	2,9 a	2,1 d	2,4 bc	2,3 bcd	2,2 cd
K	12 cd	13 bc	10 d	14 ab	14 a	12 c	12 cd	14 ab	14 ab
Ca	15 a	9 bc	8 bc	8 bc	8 d	7 d	8 bc	11 b	6 d
Mg	3,3 a	2,3 b	2,4 b	2,2 b	2,0 b	2,1 b	2,3 b	2,3 bcd	2,0 b
S	1,4 c	1,5 bc	1,6 bc	1,6 bc	2,0 a	1,7 abc	2,1 a	1,8 ab	1,7 abc
	----- mg kg ⁻¹ -----								
B	29 a	10 d	10 d	9 d	12 cd	9 d	16 bc	16 b	18 b
Cu	6 de	7,5 c	5 e	7 cd	8 c	5 e	7 cd	12 a	10 b
Fe	206 a	115 bcd	112 bcd	88 cd	100 bcd	85 d	127 bc	139 b	129 bc
Mn	220 e	759 bc	586 d	652 cd	672 cd	717 bc	831 ab	889 a	763 bc
Zn	44 f	72 cd	57 ef	60 de	77 bc	87 b	104 a	103 a	79 bc

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

Tabela 6 - Concentração de macro e micronutrientes no caule de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
	----- g kg ⁻¹ -----								
N	5 e	9 c	7 d	7 d	9 c	10 a	10 a	10 ab	9 bc
P	1 ef	1,1 c	1,2 b	0,9 f	1,3 a	1,2 b	1,3 a	1,1 c	1,0 cd
K	6 f	7 de	7 e	8 cde	9 a	8 abc	7 e	8 bcd	8 ab
Ca	13 a	10 b	9 ef	9 cd	10 bc	9 de	9 de	8 f	8 ef
Mg	2,3 a	1,9 b	1,8 b	1,9 b	1,9 b	2 b	2,2 a	1,8 b	2 b
S	1,0 bc	1,2 ab	1,1 abc	1,0 c	1,2 abc	1,2 a	1,2 a	1,2 a	1,0 c
	----- mg kg ⁻¹ -----								
B	12 ab	12 ab	10 b	10 b	10 bc	14 a	13 ab	12 ab	14 a
Cu	7 b	8 ab	9 a	9 a	9 a	9 a	9 a	7 b	9 a
Fe	91 a	50 bc	36 d	42 cd	53 b	35 d	34 d	34 d	47 bc
Mn	78 g	476 e	418 f	416 f	524 cd	586 a	502 de	569 ab	541 bc
Zn	18 d	41 c	38 c	37 c	55 b	64 a	62 a	55 b	52 b

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

Tabela 7 - Concentração de macro e micronutrientes nas raízes de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
	----- g kg ⁻¹ -----								
N	6 d	13 c	13 c	13 bc	14 b	17 a	16 a	17 a	14 b
P	0,7 d	1,4 c	1,5 bc	1,6 bc	1,6 bc	2,2 a	1,9 ab	1,8 bc	1,5 c
K	5,8 b	5,9 b	5,3 c	6,6 a	6,0 b	5,35 c	5,9 b	6,6 a	5,6 bc
Ca	14 a	13 ab	11 bc	12 bc	11 bc	11 bc	12 bc	11 bc	10 c
Mg	2,4 ab	1,9 c	1,9 c	2,5 a	2,0 c	2,0 c	2,4 ab	2,1 bc	1,5 d
S	1,3 d	1,9 bc	1,9 bc	3,0 a	2,1 b	2,9 a	2,9 a	2,8 a	1,8 c
	----- mg kg ⁻¹ -----								
B	19 a	16 abc	14 bc	13 bc	15 abc	15 abc	17 ab	12 c	13 bc
Cu	10 e	13 cd	14 c	22 b	13 cd	27 a	21 b	23 b	11 de
Fe	810 d	1189 c	1639 b	1840 ab	1308 c	2051 a	1871 ab	1833 ab	1363 c
Mn	96 e	314 dc	386 a	379 a	341 bc	329 c	401 a	374 ab	288 d
Zn	23 d	54 c	76 b	105 a	68 b	104 a	105 a	98 a	56 c

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

4.3 Produção de biomassa seca

A adubação com lodo de esgoto e doses e fontes de potássio influenciaram positivamente na produção de biomassa seca das folhas, do caule e das raízes das plantas aos 150 DAT (Tabela 8). A massa seca das folhas (MSF) apresentou maior média com a aplicação do tratamento 9, com 17,37 g. Melo et al. (2018) observou efeitos positivos do uso do lodo de esgoto na composição de substratos para a produção de mudas de *Eucalyptus urograndis*. Ao final da experimentação, os valores de massa seca da parte aérea das plantas que foram cultivadas nos substratos que receberam o resíduo foram superiores as plantas cultivadas em substrato comercial.

Em relação à massa seca das raízes (MSR), as menores médias foram observadas no tratamento controle (T1) com aumento significativo com a aplicação das doses de lodo de esgoto e potássio. Em contrapartida, vários experimentos preliminares indicam que doses altas de lodo de esgoto podem inibir o desenvolvimento radicular em espécies florestais como *Eucalyptus saligna* e *Cariniana estrellensis*. Em experimento com *Eucalyptus urograndis*, Zabotto et al. (2020) observaram esse efeito ao aplicarem doses acima de 60 Mg ha⁻¹ de lodo de

esgoto, obtendo redução de até 70% da massa seca radicular das plantas (dose com 90 Mg ha⁻¹) quando comparadas ao tratamento com 30 Mg ha⁻¹. Tal efeito, pode estar relacionado aos níveis de metais pesados existentes no resíduo, como por exemplo, níveis acima de 12 mg dm⁻³ de Fe e 1,2 mg dm⁻³ de Zn são considerados altos para a cultura (RAIJ et al., 1997).

Tabela 8 - Massa seca das folhas (MSF), massa seca do caule (MSC), massa seca das raízes (MSR) e massa seca total (MST) de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

(g)	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
MSF	3,33 c	13,72 ab	14,95 ab	15,12 ab	13,00 b	16,23 ab	15,89 ab	15,43 ab	17,37 a
MSC	2,98 b	11,26 a	11,56 a	11,97 a	12,08 a	13,19 a	13,05 a	12,29 a	12,66 a
MSR	4,03 b	7,22 a	6,55 ab	8,26 a	8,61 a	7,99 a	7,48 a	7,18 a	7,23 a
MST	10,34 b	32,20 a	33,06 a	35,35 a	33,69 a	37,41 a	36,42 a	34,90 a	37,26 a

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

4.4 Medidas biométricas

As medidas biométricas (Tabela 9) aumentaram significativamente com a aplicação dos tratamentos com lodo de esgoto e potássio (T2 ao T9). A altura das plantas, aos 150 DAT, atingiu média de 0,99 cm (T5 e T7), sendo 53% maior quando comparado ao tratamento controle (T1). Os tratamentos com lodo de esgoto e potássio favoreceram o desenvolvimento do diâmetro do caule (DC) das plantas, com diferenças estatísticas em relação ao tratamento controle (T1), variando entre 7,85 a 8,38 mm (T2-T9). Resultados similares foram obtidos por Campos e Alves, (2008) em experimento com a mesma espécie, com diferenças significativas nas medidas biométricas das plantas, com a aplicação da dose com 60 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto. Leila et al. (2017) em cultivo de *Eucalyptus camaldulensis* fertilizado com lodo de esgoto, observaram parâmetros biométricos aproximadamente 20% superiores às plantas adubadas com fertilizantes minerais. No mesmo estudo, houve aumento de 40% no número de folhas das plantas que receberam doses do resíduo.

A área foliar (AF) de todos os tratamentos com lodo de esgoto e potássio foram estatisticamente superiores ao tratamento controle (T1), com média máxima de

1592,96 cm² no tratamento 6. A AF é um parâmetro que está diretamente associado a taxa fotossintética líquida (LIMA et al., 2017). Assim, a incidência de luz pode promover maior assimilação de carbono e absorção e transporte de nutrientes (LEE et al., 2013). A menor disponibilidade de nutrientes no tratamento controle (T1) causou deficiência nutricional nas plantas, com valores biométricos menores que as plantas que receberam adubação com lodo de esgoto e potássio (T2-T9).

Os resultados obtidos com a biometria e biomassa de *Corymbia citriodora* (Tabelas 8 e 9) se correlacionam aos resultados de análise química dos solos dos tratamentos e das folhas, caule e raízes que mostraram o efeito nutricional do lodo de esgoto, aumentando as concentrações de macro e micronutrientes do solo e consequentemente sua absorção pelas plantas.

Tabela 9 - Altura, diâmetro do caule (DC) e área foliar (AF) de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
Altura (cm)	0,65 b	0,88 a	0,93 a	0,91 a	0,99 a	0,98 a	0,99 a	0,95 a	0,94 a
DC (mm)	5,33 b	8,08 a	8,38 a	7,93 a	8,27 a	8,16 a	7,85 a	8,18 a	8,32 a
AF (cm ²)	267,95 b	1285,07 a	1379,43 a	1581,76 a	1208,46 a	1592,96 a	1463,23 a	1333,44 a	1502,52 a

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

4.5 Pigmentos fotossintéticos e análise enzimática

Os diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio influenciaram positivamente no índice SPAD, clorofila *a* e *b*, carotenoides e clorofila total (Tabela 10). Com relação aos teores de pigmentos, a clorofila *a* apresentou as maiores médias com a aplicação dos tratamentos formulados com lodo de esgoto e potássio, diferindo do tratamento controle (T1). Para a clorofila *b*, carotenoides e clorofila total, números significativos foram observados com as maiores médias nas plantas submetidas ao tratamento 7, diferindo dos demais tratamentos. O SPAD apresentou valores acima de 50,00 com a aplicação dos tratamentos 8 e 9, sendo estatisticamente superiores aos demais tratamentos. Ressalta-se que dependendo da espécie, índices SPAD menores que 40,00 podem indicar deficiência de N, como ocorreu com as plantas

expostas ao tratamento controle (T1), com 34,20 (menor absorção de N e índice de clorofila – Tabelas 5 e 10). Gonzaga et al. (2018) cultivaram *Eucalyptus grandis*, os quais receberam doses entre 20 e 100 Mg ha⁻¹ de biochar de lodo de esgoto. Após 30 dias do plantio, os autores verificaram que as mudas que receberam as doses do resíduo tiveram índice SPAD incrementados, superiores a 40,00. Contrariamente, Oliveira Junior et al. (2011) estudaram diferentes substratos orgânicos em mudas de *Eucalyptus urophylla*. Os autores concluíram que o índice SPAD atingiu valor máximo de 29,73 aos 100 DAT. O índice SPAD pode estimar indiretamente a quantidade de nitrogênio presente nas folhas como parte intrínseca da molécula de clorofila, já que a maior parte do nitrogênio é absorvido pelas plantas (entre 50 e 70%) (CHAPMAN; BARRETO, 1997), sendo possível correlacionar o “status” de N e o índice SPAD (ARGENTA et al., 2001). Neste trabalho, não houve tal correlação (Tabela 11) sendo que os índices SPAD correlacionaram-se positivamente com a clorofila total ($p < 0,01$). Importante salientar que o SPAD faz a leitura da intensidade da cor verde das folhas (ICV), assim, o equipamento foi eficaz para o fim que foi proposto.

A aplicação dos tratamentos 2, 3, 4 e 5 elevou a atividade da enzima nitrato redutase (NR) das plantas (Tabela 10), atingindo 431,50 nM NO₂ h⁻¹ g⁻¹ MF no tratamento 5, sendo estatisticamente superior aos demais tratamentos. Por outro lado, os tratamentos 6, 7, 8 e 9 foram significativamente inferiores, com menor atividade enzimática. Assim, pode-se sugerir que o dobro da quantidade de N relativo a esses tratamentos (40 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto = 1120 kg ha⁻¹) aparentemente causaram fitotoxidez por excesso de nitrato, ou ainda, a redução na absorção de micronutrientes pela alta dose de N (SILVA et al., 2011). Entretanto, a hipótese de fitotoxidez por nitrato não se sustenta, já que os parâmetros de biometria avaliados não indicam que as plantas estavam sob estresse. Outra hipótese a ser considerada, seria a indisponibilidade de molibdênio (Mo) devido a antagonismo gerado pelos tratamentos. Considerando-se que o micronutriente é essencial para a atividade da NR, sua falta ou diminuição poderia ser a causa da menor atividade da enzima. O Mo, ao contrário dos demais micronutrientes, é um ânion (MoO₄²⁻), sendo absorvido do solo em meio menos ácido (pH > 5,0) (VIANA, 2010). Assim, os solos dos tratamentos com a maior dose do resíduo tiveram pH variando entre 4,0 e 4,3, o que pode ter comprometido sua disponibilidade.

Tabela 10 - SPAD, clorofila *a* (CI *a*), clorofila *b* (CI *b*), carotenoides, clorofila total (CI Total) e nitrato redutase (NR) de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

		Tratamentos								
		T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
SPAD		34,20 e	44,30 c	40,87 d	41,09 d	42,92 dc	49,70 b	51,63 ab	53,07 a	53,22 a
CI <i>a</i>		12,22 b	18,49a	17,05 a	17,24 a	18,53 a	19,81 a	20,83 a	20,53 a	18,82 a
CI <i>b</i>		4,48 c	9,91 abc	6,78 bc	9,25 abc	8,80 abc	11,14 ab	13,24 a	11,83 ab	12,33 ab
Caroteno	µg cm ²	3,38 b	5,15 ab	4,89 ab	5,34 a	5,13 ab	5,38 a	5,99 a	5,33 a	5,57 a
CI Total		16,70 c	28,40 ab	23,84 bc	26,50 ab	27,34 ab	30,95 ab	34,08 a	32,37 ab	31,16 ab
NR	nM NO ₂ h ⁻¹ g ⁻¹ MF	249,07 cd	408,02 a	295,07 bc	380,74 ab	431,50 a	263,34 bcd	149,76 de	217,66 cde	121,84 e

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

Tabela 11 - Análise de correlação simples de Pearson (*r*) entre clorofila total, teor de N nas folhas e índice SPAD de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	SPAD	Clorofila Total
SPAD	-	-
Clorofila Total	0,9409**	-
Teor de N (folhas)	0,3262 ^{ns}	0,5088 ^{ns}

ns – não significativo, * - significativo a 5%, ** - significativo a 1%.

4.6 Trocas gasosas

A fotossíntese líquida (*A*) aumentou nas plantas tratadas com lodo e potássio, principalmente na combinação do tratamento 9, com média de 22,16 (Tabela 12). Observou-se que os valores aumentaram com a acréscimo das doses de lodo de esgoto, exceto para o tratamento controle (T1). A condutância estomática (*g_s*) diferiu estatisticamente nos tratamentos que receberam adubação em relação ao tratamento controle, assim como os valores de transpiração (*E*). Observa-se que a suplementação com lodo de esgoto proporcionou valores aproximadamente 2 vezes maiores quando comparados ao tratamento controle (T1). Usualmente, valores baixos de *A*, *g_s* e *E* são observados em experimentos com plantas submetidas a estresse hídrico, mostrando a sensibilidade das plantas a falta de água no solo, com implicações no crescimento (GHOLZ et al., 1990). Porém, como visto, a falta de nutrientes no solo também acarreta menores índices de trocas gasosas, como observado nas plantas expostas ao tratamento controle (T1), que apresentaram

menor crescimento devido a menor assimilação de carbono. A taxa fotossintética é um dos fatores responsáveis pela maior produtividade de eucalipto, existindo relação linear entre a fotossíntese máxima e a produtividade (SHINKAI et al., 2013). Com relação a concentração interna de carbono (C_i), não foram observadas diferenças estatísticas nas plantas em nenhum dos tratamentos avaliados.

Tabela 12 - Fotossíntese líquida (A) em $\mu\text{mol m}^{-2} \text{s}^{-1}$, condutância estomática (g_s) em $\text{mmol H}_2\text{O m}^{-2} \text{s}^{-1}$, transpiração (E) em $\text{mmol H}_2\text{O m}^{-2} \text{s}^{-1}$ e concentração interna de carbono nas células (C_i) de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

	Tratamentos								
	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9
(A)	9,14 d	19,55 abc	19,54 abc	18,02 bc	17,29 c	20,12 abc	19,11 abc	21,05 ab	22,16 a
g_s	0,155 b	0,333 a	0,314 a	0,315 a	0,325 a	0,303 a	0,297 a	0,381 a	0,381 a
(E)	3,89 b	6,96 a	6,18 a	6,87 a	6,52 a	7,15 a	6,26 a	6,96 a	7,22 a
C_i	288 a	269 a	259 a	291 a	278 a	258 a	267 a	279 a	279 a

As médias seguidas pela mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha^{-1} de lodo + 60 kg ha^{-1} de K (KCl); T3 - 20 Mg ha^{-1} de lodo + 60 kg ha^{-1} de K (K_2SO_4); T4 - 20 Mg ha^{-1} de lodo + 120 kg ha^{-1} de K (KCl); T5 - 20 Mg ha^{-1} de lodo + 120 kg ha^{-1} de K (K_2SO_4); T6 - 40 Mg ha^{-1} de lodo + 60 kg ha^{-1} de K (KCl); T7 - 40 Mg ha^{-1} de lodo + 60 kg ha^{-1} de K (K_2SO_4); T8 - 40 Mg ha^{-1} de lodo + 120 kg ha^{-1} de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha^{-1} de lodo + 120 kg ha^{-1} de K (K_2SO_4).

4.7 Rendimento e composição química do óleo essencial

Os tratamentos aplicados com lodo de esgoto e potássio apresentaram diferenças significativas no rendimento e composição química do óleo essencial das folhas de *Corymbia citriodora* (Tabela 13). Para a espécie, o rendimento do óleo pode variar entre 0,5 e 2,0% (base de massa seca de folhas) sendo que o componente químico principal é o citronelal (3,7-dimetil-6-octenal), cujo teor varia entre 65 e 80% dos componentes do óleo (VITTI; BRITO, 2003). O rendimento do óleo apresentou os maiores valores com a aplicação dos tratamentos 3 e 4, com 0,60 e 0,66%, respectivamente. A composição química foi influenciada pelo estado nutricional das plantas, sendo o maior teor de citronelal foi proporcionado pelo tratamento 4. Maiores concentrações do óleo essencial podem ser obtidas quando a extração é realizada em períodos de seca, pelo fato de que o tecido foliar contém menor quantidade de água (GALANTI, 1987). Assim, destaca-se que, neste experimento as plantas foram cultivadas em estufa, não sendo, portanto, colhidas em condições de seca ou deficiência hídrica. Castro et al. (2008) estudaram rendimento e composição química

do óleo de *Corymbia citriodora*, em diferentes épocas do ano nos municípios de Minas Gerais. No estudo, os autores observaram redução no teor de citronelal quando a coleta das folhas ocorreu no mês de agosto. Entretanto, os autores verificaram que o composto citronelal manteve-se como majoritário, independentemente das condições experimentais. Singh (2012) analisando os compostos químicos de *Corymbia citriodora* cultivados na Índia, obteve valores de 60,66% de citronelal; 8,19% de isopulegol; 0,58% de isoisopulegol; 12,58% de β -citronelol. Em relação aos compostos Isopulegol e Isopulegol-Iso, parece haver uma relação dos teores presentes nas folhas com o estresse causado pela deficiência nutricional, visto que as maiores médias foram obtidas nas plantas expostas ao tratamento controle (T1), com 10,45 e 7,49%, respectivamente.

Tabela 13 - Rendimento e composição química do óleo essencial de *Corymbia citriodora* submetida aos diferentes tratamentos com lodo de esgoto e potássio após 150 dias do plantio

Tratamentos	Rendimento do óleo		Composição Química		
	Isopulegol	Citronellal	Isopulegol Iso	Beta-Citronellol	
	----- % -----				
T1	0,18 c	10,95 a	71,07 bcd	7,49 a	10,48 de
T2	0,57 ab	4,70 c	76,01 abc	3,31 b	15,30 bcd
T3	0,60 a	8,29 abc	70,89 bcd	3,94 b	15,86 bc
T4	0,66 a	6,49 bc	80,62 a	3,11 b	9,77 e
T5	0,35 c	5,37 c	78,80 ab	3,08 b	11,30 cde
T6	0,57 ab	7,90 abc	70,73 bcd	3,75 b	15,59 bc
T7	0,26 c	8,22 abc	69,49 cd	3,93 b	16,45 b
T8	0,24 c	7,99 abc	58,69 e	3,99 b	26,44 a
T9	0,36 bc	9,11 ab	63,05 de	3,91 b	22,23 a

As médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). T1 – Controle; T2 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T3 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T4 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl); T5 - 20 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T6 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (KCl); T7 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 60 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄); T8 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (KCl) e T9 - 40 Mg ha⁻¹ de lodo + 120 kg ha⁻¹ de K (K₂SO₄).

De modo geral, mesmo que os fertilizantes minerais proporcionem nutrientes de forma rápida para as plantas, a reciclagem do lodo de esgoto possibilita a adição de consideráveis níveis de nutrientes ao solo, sendo capaz de suprir a demanda nutricional para o crescimento inicial da espécie, inclusive, não sendo necessário realizar adubação complementar no decorrer do período experimental.

Além de promover o crescimento das plantas, a reciclagem do resíduo é de grande relevância, tanto do ponto de vista econômico como ambiental, com possibilidades de redução de custos no decorrer da cadeia produtiva.

5 CONCLUSÕES

- Baseado nos resultados integrados de biometria, trocas gasosas e produção e composição de óleo essencial, a aplicação do lodo de esgoto é viável do ponto de vista biológico;
- A aplicação simultânea de fontes e doses de potássio supriram satisfatoriamente a deficiência desse elemento no resíduo, favorecendo o desenvolvimento das plantas, sem prejuízos biométricos;
- A combinação entre os tratamentos com lodo de esgoto e potássio favoreceram o teor e a composição química do óleo essencial, principalmente para o tratamento com a menor dose de lodo;
- A dose com 20 Mg ha⁻¹ de lodo de esgoto suplementada com 120 kg ha⁻¹ de K na fonte KCl pode ser indicada para o cultivo inicial da espécie.

REFERÊNCIAS

- ADAMS, R. P. **Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry**. Carol Stream, IL: Allured publishing corporation, v.456, 2007.
- ARGENTA, G.; SILVA, P. R. F.; & BORTOLINI, C. G. Clorofila na folha como indicador do nível de nitrogênio em cereais. **Ciência Rural**, v.31, n.4, p.715-722, 2001.
- ARRUDA, O. G.; ALVES, M. C.; BONINI, C. D. S. B.; & DE CÁSSIA MARCHINI, D. Atributos físicos de um Latossolo degradado tratado com biossólido há cinco anos. **Científica**, v.41, n.1, p.73-81, 2013.
- BARCELLOS, M.; MOTTA, A. C. V.; PAULETTI, V.; DA SILVA, J. C. P. M.; & BARBOSA, J. Z. Atributos químicos de Latossolo sob plantio direto adubado com esterco de bovinos e fertilizantes minerais. **Comunicata Scientiae**, v.6, n.3, p.263-273, 2015.
- BELLOTE, A. F. J.; & NEVES, E. J. Calagem e adubação em espécies florestais plantadas na propriedade rural. **Embrapa Florestas-Circular Técnica (INFOTECA-E)**, 2001.
- BERTOLAZI, K. B.; DE SOUZA AFÁZ, D. C.; VIANI, R. A. G.; & SOUZA, C. F. Viabilidade da aplicação de composto de lodo de esgoto no cultivo inicial de eucalipto. **Revista Ciência, Tecnologia & Ambiente**, v.4, n.1, p.72-78, 2017.
- BERTON, R. S.; NOGUEIRA, T. A. R. Uso de lodo de esgoto na agricultura. *In*: COSCIONE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto**. Botucatu: Editora FEPAF, p.31-50, 2010.
- BETTIOL, W.; DE CAMARGO, O. A. (org). **Lodo de esgoto: Impactos ambientais na agricultura**. Jaguariúna: Editora: Embrapa Meio Ambiente, 2006.
- BRANDANI, C. B.; KÜHL, A. S.; ILARIO, V. E.; PITOMBO, L. M.; FERREIRA-FILHO, P. J.; PEREIRA, E. A.; & CARMO, J. B. D. Nutritional evaluation of Guanandi seedlings fertilized with sewage sludge. **Bragantia**, v.78, n.2, p.253-263, 2019.
- BLAGODATSKAYA, E.; & KUZYAKOV, Y. Mechanisms of real and apparent priming effects and their dependence on soil microbial biomass and community structure: critical review. **Biology and Fertility of Soils**, v.45, n.2, p.115-131, 2008.
- CAMPOS, F. D. S. D.; ALVES, M. C. Uso de lodo de esgoto na reestruturação de solo degradado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, n.4, p.1389-1397, 2008.
- CANTARELLA, H. Nitrogênio. *In*: NOVAIS, R. F.; ALVAREZ V, V. H.; BARROS, N. F.; FONTES, R. L. F.; CANTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L. (Org) **Fertilidade do solo**. Viçosa: Editora Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p.375-470.
- CARVALHO, C. S.; RIBEIRINHO, V. S.; DE ANDRADE, C. A.; GRUTZMACHER, P.; & PIRES, A. M. M. Composição química da matéria orgânica de lodos de esgoto. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, v.10, n.3, p.413-419, 2015.

CASTRO, N.; CARVALHO, G.; CARDOSO, M.; PIMENTEL, F.; CORREA, R.; & GUIMARÃES, L. Avaliação de rendimento e dos constituintes químicos do óleo essencial de folhas de *Eucalyptus citriodora* Hook. colhidas em diferentes épocas do ano em municípios de Minas Gerais. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, Botucatu, v.10, n.1, p.70-75, 2008.

CECÍLIO FILHO, A. B.; & GRANGEIRO, L. C. Produtividade da cultura da melancia em função de fontes e doses de potássio. **Ciência e Agrotecnologia**, v.28, n.3, p.561-569, 2004.

CHAPMAN, S. C.; & BARRETO, H. J. Using a chlorophyll meter to estimate specific leaf nitrogen of tropical maize during vegetative growth. **Agronomy Journal**, v.89, n.4, p.557-562, 1997.

CLARKSON, D. T. The uptake and translocation of manganese by plant roots. *In* **Manganese in soils and plants**. Springer, Dordrecht. pp.101-111, 1988.

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução no 375/2006. Define critérios e procedimentos para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitários e seus produtos derivados, e dá outras providencias. **Diário Oficial da União**. Brasília, 2006. Disponível em: <http://www2.mma.gov.br/port/conama/res/res06/res37506.pdf>. 29 set. 2019.

CONTIN, M.; GOI, D.; & DE NOBILI, M. Land application of aerobic sewage sludge does not impair methane oxidation rates of soils. **Science of the Total Environment**, v.441, p.10-18, 2012.

COSTA, A.; DA COSTA, A. N.; PEREIRA, A. C. C.; LIMA, M. D. F.; & DE MATTOS, C. N. (2018). Influência da aplicação de lodo de estação de tratamento de esgoto, tratado com cal virgem, na produtividade do café arábica. **SIMPÓSIO ÍTALO-BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL**, 2018. Maceió. Anais.

COSTA, V. L.; MARIA, I. C.; CAMARGO, O. A.; GREGO, C. R.; & MELO, L. C. Distribuição espacial de fósforo em Latossolo tratado com lodo de esgoto e adubação mineral. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.18, n.3, p.287-293, 2014.

DOGENSKI, M.; FERREIRA, N. J.; & DE OLIVEIRA, A. L. Extraction of *Corymbia citriodora* essential oil and resin using near and supercritical carbon dioxide. **The Journal of Supercritical Fluids**, v.115, p.54-64, 2016.

FERREIRA, D. F. SISVAR: A computer analysis system to fixed effects split plot type designs. **Revista Brasileira de Biometria**, [S.l.], v.37, n.4, p.529-535, 2019.

GALANTI, S. **Produção de óleo essencial do *Eucalyptus citriodora* Hook, no município de Torrinha, Estado de São Paulo**. Viçosa: UFV. 1987.

GBENOU, J. D.; AHOUNOU, J. F.; AKAKPO, H. B.; LALEYE, A.; YAYI, E.; GBAGUIDI, F.; & KOTCHONI, S. O. Phytochemical composition of *Cymbopogon citratus* and

Eucalyptus citriodora essential oils and their anti-inflammatory and analgesic properties on Wistar rats. **Molecular biology reports**, v.40, n.2, p.1127-1134, 2013.

GHOLZ, H.L.; EWEL, K.C.; & TESKEY, R.O. Water and forest productivity. **Forest Ecological Management**, v.30, n.1, p.1-18, 1990.

GONÇALVES, J. L. M.; ALVARES, C. A.; SOUZA, A. H. B. N.; & JUNIOR, J. C. A. Caracterização edafoclimática e manejo de solos das áreas com plantações de eucalipto. *In*: Schumacher, M. V.; Viera, M. (Org.). **Silvicultura do eucalipto no Brasil**. Santa Maria: Editora da Universidade Federal de Santa Maria, 2015. p.111-154.

GONZAGA, M. I. S.; MACKOWIAK, C.; ALMEIDA, A. Q. D.; & CARVALHO JÚNIOR, J. I. T. D. Sewage sludge derived biochar and its effect on the growth and morphological traits of *Eucalyptus grandis* w. hill ex maiden seedlings. **Ciência Florestal**, v.28, n.2, p.687-695, 2018.

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

HERNÁNDEZ-APAOLAZA, L., GASCÓ, A. M., GASCÓ, J. M., & GUERRERO, F. Reuse of waste materials as growing media for ornamental plants. **Bioresource Technology**, v.96, n.1, p.125-131, 2005.

IBRAHIM, J. F. D. O. N.; DA SILVA JUNIOR, I. V.; DA COSTA BARROS, F.; PAEZ, D. R. M.; NASCENTES, A. L.; & DA SILVA, L. D. B. Utilização do lodo de esgoto na produção de mudas e no cultivo do eucalipto (*Eucalyptus spp*). **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, v.2, n.1, p.564-579, 2019.

JUNIO, Z.; GERALDO, R.; SAMPAIO, R. A.; SANTOS, G. B.; NASCIMENTO, A. L.; PRATES, F. B. D. S.; & FERNANDES, L. A. Metais pesados em milho fertilizado com fosfato natural e composto de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.15, n.10, p.1082-1088, 2011.

KABATA-PENDIAS, A.; & PENDIAS, H. **Trace elements in soils and plants**. 3rd ed. Florida: CRC Press, 2001. 413p.

KERBAUY, G. B. **Fisiologia vegetal**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2008. 472p.

KIRKBY, E. A.; & RÖMHELD, V. Micronutrientes na fisiologia de plantas: funções, absorção e mobilidade. **Informações Agronômicas**, v.118, n.2, p.1-24, 2007.

LAVEZZO, L. F. **Atributos químicos, bioquímicos e microbiológicos em solos com 18 anos de aplicações anuais de lodo de esgoto**. 2016. (Dissertação de mestrado). Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 2016.

LEE, D.W.; BREMMEIER, S.; & SMITH, A.P. The selective advantage of anthocyanins in developing leaves of mango and cacao. **Biotropica**, v.19, p.40-49, 1987.

LEE, K. A.; LEE, S. H.; & WOO, S. Y. Rubisco activity and gene expression of tropical tree species under light stress. **African Journal of Biotechnology**, v.12, n.20, p.2764-2769, 2013.

LEILA, S.; MHAMED, M.; HERMANN, H.; MYKOLA, K.; OLIVER, W.; CHRISTIN, M.; & NADIA, B. Fertilization value of municipal sewage sludge for *Eucalyptus camaldulensis* plants. **Biotechnology reports**, v.13, p.8-12, 2017.

LEITE, R. M. **Interação composto de lodo de esgoto e cinzas de biomassa no desenvolvimento inicial de eucalipto**. 2012. (Dissertação de mestrado). Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2012.

LEITE, S. M. M.; MARINO, C. L.; & BONINE, C. A. V. Respostas de clones de *Eucalyptus grandis* e *E. grandis* x *E. urophylla* à supressão de boro. **Scientia Forestalis**, v.38, n. 85, p.19-25, 2010.

LIMA, L. K. S., MOURA, M. D. C. F., SANTOS, C. C., DE CARVALHO NASCIMENTO, K. P., & DUTRA, A. S. Produção de mudas de aroeira-do-sertão (*Myracrodruon urundeuva* Allemão) em resíduos orgânicos. **Ceres**, v.64, n.1, p.01-11, 2017.

LIMA, M.F.; MATTOS, C.N.; VIEIRA, P.L.C.; ALMEIDA, L.F. Geração de lodo de esgoto e seu potencial como fonte de matéria orgânica para a agricultura. *In*: Costa, A.N.; Costa, A.F.S (Org.). **Manual de uso agrícola e disposição do lodo de esgoto para o Estado do Espírito Santo**. Vitória: Editora INCAPER, 2011. 126p.

LIRA, A. C. S. D.; GUEDES, M. C.; & SCHALCH, V. Reciclagem de lodo de esgoto em plantação de eucalipto: carbono e nitrogênio. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.13, n.2, p.207-216, 2008.

MACIEL, M. V.; MORAIS, S. M.; BEVILAQUA, C. M. L.; SILVA, R. A.; BARROS, R. S.; SOUSA, R. N.; & SOUZA-NETO, M. A. Chemical composition of *Eucalyptus spp.* essential oils and their insecticidal effects on *Lutzomyia longipalpis*. **Veterinary parasitology**, v.167, n.1, p.1-7, 2010.

MALAVOLTA, E. **Manual de nutrição mineral de plantas**. São Paulo: Ceres, 638p. 2006.

MALAVOLTA, E. Nutri-Fatos: **Informação agrônômica sobre nutrientes para as culturas**. Piracicaba: POTAFOS, 11-12, 1996.

MARSCHNER, H. **Mineral nutrition of higher plants**. 3.ed. San Diego: Academic Press, 2012. 651p.

MATOS, F.J.A. **Introdução à fotoquímica experimental**. Fortaleza: UFC, 128p, 1988.

MOLIN, J. P.; & RABELLO, L. M. Estudos sobre a mensuração da condutividade elétrica do solo. **Engenharia Agrícola**, v.31, n.1, p.90-101, 2011.

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

NASCIMENTO, M., & LOUREIRO, F. E. L. Fertilizantes e sustentabilidade: o potássio na agricultura brasileira, fontes e rotas alternativas. *In: Série Estudos e Documentos*. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004.

NOGUEIRA, T. A. R.; OLIVEIRA, L. R.; MELO, W. J. D.; FONSECA, I. M.; MELO, G. M. P. D.; MELO, V. P. D.; & MARQUES, M. O. Cádmiu, cromo, chumbo e zinco em plantas de milho e em Latossolo após nove aplicações anuais de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, n.5, p.2195-2207, 2008.

OLIVEIRA D. P.F.; RUIZ A. M. M.; BROETTO F.; ZABOTTO A. R.; KÜHN I. E.; ANDRADE T. C. O.; MACHUCA L. M. R. Lodo de esgoto: uso do lodo de esgoto em plantas. *In: RAMOS E. G.; ZUÑIGA E. A.; MACHUCA L. M. Estresse das plantas cultivadas & protocolos de análise*. Botucatu: Editora FEPAF.p.51-58, 2018.

OLIVEIRA JÚNIOR, O. A. D.; CAIRO, P. A. R.; & NOVAES, A. B. D. Características morfofisiológicas associadas à qualidade de mudas de *Eucalyptus urophylla* produzidas em diferentes substratos. **Revista Árvore**, v.35, n.6, p.1173-1180, 2011.

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, n.4, p.807-812, 2001.

OLIVEIRA, F.C.; MATTIAZZO, M.E.; MARCIANO, C.R. & ROSSETO, R. Efeitos de aplicações sucessivas de lodo de esgoto em um Latossolo Amarelo distrófico cultivado com cana-de-açúcar: Carbono orgânico, condutividade elétrica, pH e CTC. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.26, n.2, p.505-519, 2002.

PIGOZZO, A. T. J.; LENZI, E.; JÚNIOR, L.; SCAPIM, C. A.; VIDIGAL FILHO, P. S.; & COSTA, A. C. S. D. Reação do solo e disponibilidade de micronutrientes, em solo de textura média, tratado com lodo de esgoto e cultivado com milho. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.30, n.4, p.569-579, 2008.

PIRES, A. M. M.; DE ANDRADE, C. A.; DE SOUZA, N. A.; DO CARMO, J. B.; COSCIONE, A. R.; & CARVALHO, C. S. Disponibilidade e mineralização do nitrogênio após aplicações sucessivas de lodo de esgoto no solo, estimadas por meio de incubação anaeróbica. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.50, n.4, p.333-342, 2015.

PRADELA, V. A.; LAPAZ, A. M.; YOSHIDA, C. H. P.; NICOLAI, A. B.; SILVA, K. A. M.; & TOMAZ, R. S. Fertilização com boro em plântulas de *corymbia citriodora* fertilization with boron in *corymbia citriodora* seedlings. **Revista Brasileira de Engenharia de Biossistemas**, v.12, n.4, p.361-367, 2018.

PREZOTTI, L. C.; & MARTINS, A. G. **Guia de interpretação de análise de solo e foliar**. Vitória: Editora Incaper, 2013. 104p.

QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H.; & VAN RAIJ, B. Evolution of the analytical quality of soil testing laboratories integrated in a sample exchange program. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.25, n.7-8, p.1007-1014, 1994.

RADIN, J.W. In vivo assay of nitrate reductase in cotton leaf discs. Effect of oxygen and ammonium. **Plant Physiology**, v.51, p.332-6, 1973.

RAIJ, B. V.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A.; & FURLANI, A. M. C. **Recomendações de adubação e calagem para o estado de São Paulo**. Boletim técnico, 100. Campinas: Instituto Agronômico/Fundação IAC, 285 p, 1997.

RAIJ, V. B. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2001.

REIS, C. A. F.; DE ASSIS, T. F.; SANTOS, A. M.; & PALUDZYSZYN FILHO, E. **Corymbia citriodora: estado da arte de pesquisas no Brasil**. Embrapa Florestas- Documentos (INFOTECA-E), 2013.

Relatório IBÁ. **Indústria Brasileira de Árvores**: indústria brasileira, 2017.

RIBEIRINHO, V. S.; MELO, W. J. D.; SILVA, D. H. D.; FIGUEIREDO, L. A.; & MELO, G. M. P. D. Fertilidade do solo, estado nutricional e produtividade de girassol, em função da aplicação de lodo de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v.42, n.2, p.166-173, 2012.

RIGO, M. M.; RAMOS, R. R.; CERQUEIRA, A. A.; SOUZA, P.; & MARQUES, M. Destinação e reuso na agricultura do lodo de esgoto derivado do tratamento de águas residuárias domésticas no Brasil. **Gaia Scientia**, v.8, n.1, p.174-186, 2014.

SALEM, M. Z.; ELANSARY, H. O.; ALI, H. M.; EL-SETTAWY, A. A.; ELSHIKH, M. S.; ABDEL-SALAM, E. M.; & SKALICKA-WOŹNIAK, K. (2018). Bioactivity of essential oils extracted from *Cupressus macrocarpa* branchlets and *Corymbia citriodora* leaves grown in Egypt. **BMC complementary and alternative medicine**, v.18, n.1, p.23, 2018.

SEBEI, K.; SAKOUHI, F.; HERCHI, W.; KHOUJA, M.L.; & BOUKHCHINA, S. Chemical composition and antibacterial activities of seven eucalyptus species essential oils leaves. **Biological Research**, v.48, n.1, p.7, 2015.

SHINKAI GENTIL OTTO, M.; VERGANI, A. R.; NATAL GONÇALVES, A.; VRECHI, A.; SILVA, S. R.; & STAPE, J. L. Fotossíntese, condutância estomática e produtividade de clones de Eucalyptus sob diferentes condições edafoclimáticas. **Revista Árvore**, v.36-37, n.3, p.431-439, 2013.

SHUKLA, U. C.; & MUKHI, A. K. Sodium, Potassium, and Zinc Relationship in Corn 1. **Agronomy Journal**, v.71, n.2, p.235-237, 1979.

SILVA, F. A. D. M.; NUNES, G. M.; ZANON, J. A.; GUERRINI, I. A.; & SILVA, R. B. D. Agroindustrial waste and sewage sludge as substrate for the *Eucalyptus urograndis* seedling productions. **Ciência Florestal**, v.28, n.2, p.827-835, 2018.

SILVA, S. M. D.; OLIVEIRA, L. J.; FARIA, F. P.; REIS, E. F. D.; CARNEIRO, M. A. C.; & SILVA, S. M. D. Atividade da enzima nitrato redutase em milho cultivado sob diferentes níveis de adubação nitrogenada e potássica. **Ciência Rural**, v.41, n.11, p.1931-1937, 2011.

SILVEIRA, R. L. V. A.; GAVA, J. L.; & MALAVOLTA, E. O potássio na cultura do eucalipto. In: YAMADA, T.; ROBERTS, T. L. (Org.). **Potássio na agricultura brasileira**. Piracicaba: POTAFOS, p.523-590, 2005.

SILVEIRA, R. L. V. A.; & MALAVOLTA, E. **Nutrição e adubação potássica em *Eucalyptus***. Informações Agronômicas. Piracicaba: POTAFOS, n.91, 12p, 2000.

SIMONETE, M. A.; & KIEHL, J. C. Extração e fitodisponibilidade de metais em resposta a adição de lodo de esgoto no solo. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v.59, n.3, p.555-563, 2002.

SIMONETE, M. A.; KIEHL, J. C.; ANDRADE, C. A.; & TEIXEIRA, C. F. A. Efeito do lodo de esgoto em um Argissolo e no crescimento e nutrição de milho. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.38, n.10, p.1187-1195, 2003.

SINGH, H. P.; KAUR, S.; NEGI, K.; KUMARI, S.; SAINI, V.; BATISH, D. R.; & KOHLI, R. K. Assessment of in vitro antioxidant activity of essential oil of *Eucalyptus citriodora* (lemon-scented Eucalypt; Myrtaceae) and its major constituents. **LWT-Food science and Technology**, v.48, n.2, p.237-241, 2012.

Solos, E. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos: Rio de Janeiro, 2013.

STAHL, J. **Resposta inicial de *Eucalyptus* spp. a adubação fosfatada e potássica no planalto sul catarinense**. 2009. 70p. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Lages, 2009.

SUI, Y.; & THOMPSON, M. L. Phosphorus sorption, desorption, and buffering capacity in a biosolids-amended mollisol. **Soil Science Society of America Journal**, v.64, n.1, p.164-169, 2000.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 5^o. ed. Porto Alegre: Artmed. 721 p., 2013.

THORNTHWAITE, C.W. An approach toward a rational classification of climate. **Geography Review**, v.38, p.55-94, 1948.

TOLBA, H.; MOGHRANI, H.; BENELMOUFFOK, A.; KELLOU, D.; & MAACHI, R. Essential oil of Algerian *Eucalyptus citriodora*: Chemical composition, antifungal activity. **Journal de mycologie medicale**, v.25, n.4, p.128-133, 2015.

TRABALLI, R. C.; MAKIYA, I. K.; & BREDI, C. C. **Bases ecossustentáveis para o desenvolvimento urbano: potencial energético a partir de lodo de esgotos e resíduos sólidos**. In: III ENCONTRO DE SUSTENTABILIDADE, 2009. Itajaí, Anais.

USMAN, K.; KHAN, S.; GHULAM, S.; KHAN, M. U.; KHAN, N.; KHAN, M. A.; & KHALIL, S. K. Sewage sludge: an important biological resource for sustainable agriculture and its environmental implications. **American Journal of Plant Sciences**, v.3, n.12, p.1708, 2012.

VAN DEN DOOL, H. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography. **Jornal Chromatography. A**, v.11, p.463-471, 1963.

VAN GENUTCHEN, M.T.H. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of insaturated. **Soil Science Society American Journal**, v.41, p.892-898, 1980.

VIANA, E.M.; KIEHL, J.C. Doses de nitrogênio e potássio no crescimento de trigo. **Bragantia**, v.69, n.4, p.975-982, 2010.

VIEIRA, I. V. **Estudos de caracteres silviculturais e de produção de óleo essencial de progênies de *Corymbia citriodora* (Hook) K. D. Hill & L. A. S. JOHNSON procedente de Anhembi SP - Ex. Atherton QLD – Austrália**. 2004, 100f. Dissertação (Mestrado m Recursos Florestais) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”. Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004.

VITTI, A. M. S.; & BRITO, J. O. **Óleo essencial de eucalipto**. Documentos florestais, v.17, p.1-35, 2003.

VITTI, A. M. S.; & BRITO, J. O. **Óleo essencial de eucalipto**. Piracicaba: IPEF, 2003. 26 p. (Documentos florestais).

WILCKEN, C. F.; LIMA, A. C. V.; DIAS, T. K. R.; MASSON, M. V.; FERREIRA FILHO, P. J.; & POGETTO, M. H. F. A. **Guia prático de manejo de plantações de eucalipto**. Botucatu: FEPAF, 2008.

ZABOTTO A. R.; KÜHN I. E.; BROETTO F.; OLIVEIRA D. P.F.; RUIZ A. M. M.; ANDRADE T. C. O.; & ZUÑIGA E. A. Lodo de esgoto: características nutricionais e efeitos da utilização no solo. In: RAMOS E. G.; ZUÑIGA E. A.; MACHUCA L. M. **Estresse das plantas cultivadas & protocolos de análise**. Botucatu: Editora FEPAF, p.2-50, 2018.

ZABOTTO, A. R.; FRANÇA, W. S.; DOMINGOS, M.; RINALDI, M. C. S.; KANASHIRO, S.; FERREIRA, M. L.; & TAVARES, A. R. Copper Accumulation and Distribution in Two Arboreal Species of the Atlantic Forest. **Floresta e Ambiente**, v.27, n1, e20190027, 2020.

ZABOTTO, A. R.; GOMES, L. D. L.; BOAS, R. L. V.; KANASHIRO, S.; & TAVARES, A. R. Nutrition and physiology of hybrid *Eucalyptus urograndis* in soil fertilized with sewage sludge. **Emirates Journal of Food and Agriculture**, V.32, n.1, p.19-24, 2020.

ZABOTTO, A. R.; ZUÑIGA, E. A.; RUIZ MACHUCA, L. M.; BROETTO, F.; REIS TAVARES, A.; & KANASHIRO, S. Uso de lodos residuales como fertilizante en eucalipto-diagnóstico de investigación. **Idesia (Arica)**, v.37, n.2, p.103-108, 2019.