

IAC

**INSTITUTO AGRONÔMICO
PÓS-GRADUAÇÃO**

TESE

**MATÉRIA ORGÂNICA, AGREGAÇÃO E
PROTEÇÃO FÍSICA EM SOLOS TRATADOS
COM LODO DE ESGOTO**

CRISTINA SILVA CARVALHO

**Campinas, SP
2015**

**INSTITUTO AGRONÔMICO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA
TROPICAL E SUBTROPICAL**

**MATÉRIA ORGÂNICA, AGREGAÇÃO E
PROTEÇÃO FÍSICA EM SOLOS TRATADOS
COM LODO DE ESGOTO**

CRISTINA SILVA CARVALHO

**Orientadora: Dra. Isabella Clerici De Maria
Co-orientador: Cristiano Alberto de Andrade**

Tese submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Doutor** em Agricultura Tropical e Subtropical, Área de Concentração em Gestão de Recursos Agroambientais.

Campinas, SP
Maio de 2015

Ficha elaborada pela bibliotecária do Núcleo de Informação e Documentação do Instituto Agrônômico

C331m Carvalho, Cristina Silva
Matéria orgânica, agregação e proteção física em solos tratados com lodo de esgoto/ Cristina Silva Carvalho. Campinas, 2014. 129 fls.

Orientadora: Dra. Isabella Clerici De Maria
Co-orientador: Cristiano Alberto de Andrade
Tese (Doutorado) Agricultura Tropical e Subtropical – Instituto Agrônômico

1. Agregados do solo 2. Biossólido 3. Carbono orgânico I. De Maria, Isabella Clerici De Maria II. Andrade, Cristiano Alberto de III. Título

CDD. 631.45



SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA
DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO AGRONÔMICO
Pós-Graduação
Av. Barão de Itapura, 1481 Caixa Postal 28
13001-970 Campinas, SP - Brasil
(19) 2137-0601
pgiac@iac.sp.gov.br



**Curso de Pós-Graduação
Agricultura Tropical e Subtropical**

Certificado de Aprovação de Defesa de Tese

“Matéria orgânica, agregação e proteção física em solos tratados com lodo de esgoto”

Aluna: Cristina Silva Carvalho


Área de Concentração: Gestão de Recursos Agroambientais

Processo SAA nº: 12.129/2011

Orientadora: Dra. Isabella Clerici De Maria

Coorientador: Dr. Cristiano Alberto de Andrade


Aprovado pela banca examinadora:




Dra. Isabella Clerici De Maria – IAC



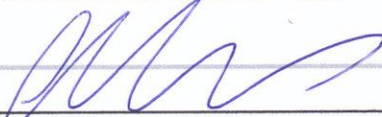
Dr. Carlos Eduardo Pellegrino Cerri – USP/ESALQ



Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori – EMPRAPA




Dr. Ronaldo Severiano Berton – IAC



Dra. Adriana Marlene Moreno Pires – EMBRAPA

Visto:



Maria Elisa A. G. Z. Paterniani
Vice-Coordenadora
Pós-Graduação - IAC

Campinas, 17 de março de 2015.

À minha mãe, Maria, e ao meu irmão Ricardo,
pelo amor, apoio e incentivo em todos os momentos.

DEDICO

Ao Claudio,
pelo apoio irrestrito, pela dedicação, compreensão e
cumplicidade.

OFEREÇO

“É muito melhor lançar-se em busca de conquistas grandiosas, alcançar triunfos e glórias, mesmo expondo-se ao fracasso, do que alinhar-se com os pobres de espírito que nem gozam muito nem sofrem muito, porque vivem na penumbra cinzenta, onde não conhecem nem vitória, nem derrota.”

(Theodore Roosevelt)

AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto Agronômico e ao Centro de Solos e Recursos Ambientais, pela estrutura e, à Coordenação da Pós-Graduação em Agricultura Tropical e Subtropical, pela oportunidade concedida.
- À Dra. Isabella Clerici De Maria, pela oportunidade, orientação e voto de confiança.
- Ao Dr. Cristiano Alberto de Andrade, pelos ensinamentos e orientação no desenvolvimento da pesquisa, pela convivência agradável e pela amizade.
- À Dra. Adriana Pires, por sua generosidade, pelas sugestões e pela contínua disponibilidade em ajudar.
- Ao Laboratório de Solo e Água da Embrapa Meio Ambiente, por proporcionar toda a estrutura necessária para a realização do trabalho.
- À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.
- À Dra. Débora Milori e ao Dr. Wilson Tadeu Lopes, pesquisadores da Embrapa Instrumentação, por possibilitarem a realização das análises espectroscópicas.
- Às técnicas do Laboratório de Solo e Água: Viviane, Lidiane e Juliana pelos momentos de descontração e pelo apoio às análises.
- Ao Antônio, funcionário da Conservação do Solo, pela ajuda nos trabalhos de campo.
- Aos estagiários Guilherme, Gustavo, Daniela, Saíd, pela ajuda na preparação das amostras;
- À Carina, pela ajuda, amizade e companhia.
- Ao Victor e à Priscila, pela ajuda na determinação de algumas análises.
- À minha família amada, Ricardo, Edyleusa, Sônia, Luciene, Marcelo, Rita, Natan, Natália, Carlos Eduardo, Ricardo Jr., Maria Clara e David, pelo incentivo, carinho e apoio, e ao meu noivo Claudio Kelson pelo amor, companheirismo, paciência e compreensão em todos os momentos.

Muito Obrigada!

SUMÁRIO

RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
CAPÍTULO I	1
1. INTRODUÇÃO.....	2
2. REVISÃO DE LITERATURA	4
2.1 Lodo de esgoto como fonte de matéria orgânica.....	4
2.2 Matéria orgânica do solo e técnicas de estudo	7
2.2.1 Fracionamento químico	9
2.2.2 Fracionamento físico.....	11
2.2.3 Outras técnicas	12
2.3 Mecanismos de estabilização da matéria orgânica e agregação do solo	17
3. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	19
CAPÍTULO II.....	28
RESUMO	29
ABSTRACT	30
1. INTRODUÇÃO.....	31
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	32
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
3.1 Teores totais de carbono e de nitrogênio	35
3.2 Relação C/N e grau de humificação (H_{FIL}).....	38
3.3 Teores e contribuição de carbono das frações húmicas na matéria orgânica do solo ...	42
4. CONCLUSÕES	49
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50
CAPÍTULO III	55
RESUMO	56
ABSTRACT	57
1. INTRODUÇÃO.....	58
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	59
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
3.1 Distribuição de massa em classes de agregado	62
3.2 Teores totais e ponderados de carbono (C) e nitrogênio (N).....	65
3.3 Relação C/N e grau de humificação da matéria orgânica (H_{FIL})	79
4. CONCLUSÕES	89
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	90
CAPÍTULO IV	94
RESUMO	95
ABSTRACT	96
1. INTRODUÇÃO.....	97
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	98
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	101
4. CONCLUSÕES	126
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	127

Matéria orgânica, agregação e proteção física em solos tratados com lodos de esgoto

RESUMO

O lodo de esgoto é um subproduto do tratamento de esgotos que pode incrementar os teores e alterar a qualidade da matéria orgânica, quando devidamente aplicado ao solo. Este trabalho teve como objetivo avaliar a matéria orgânica em solos, de áreas cultivadas com milho, que receberam por mais de sete anos aplicações anuais de lodo de esgoto, por meio da quantificação das alterações do carbono e do nitrogênio e da avaliação de aspectos qualitativos do compartimento orgânico edáfico. As avaliações foram realizadas em amostras de solo das camadas 0-0,05; 0,05-0,10; 0,10-0,20 e 0,20-0,40 m coletadas em duas áreas experimentais, sendo uma após sete aplicações de lodo e a outra após doze aplicações. As doses de lodo variaram entre 7 e 80 t ha⁻¹ ano⁻¹, de forma a fornecer desde a quantidade de N recomendada para a cultura do milho até 8 vezes esse valor. Adicionalmente foram avaliadas áreas que receberam apenas fertilização mineral e uma área controle, sem fertilização. Determinaram-se os teores totais de carbono e de nitrogênio, teores de carbono das frações húmicas e grau de humificação da matéria orgânica do solo. Avaliou-se a proteção física da matéria orgânica em classes de agregado do solo (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,53 mm) até 0,20 m de profundidade por meio de experimento de degradação em amostras intactas e moídas pelo método de respirometria. As aplicações de lodo de esgoto resultaram em menores proporções da fração húmica em comparação às áreas controle e com fertilizante mineral, indicando a presença de matéria orgânica menos humificada. Esse indicativo foi comprovado pelos menores valores obtidos para o grau de humificação quando há aplicação de lodo de esgoto. Em relação à proteção física da matéria orgânica nos agregados, verificou-se que o rompimento dos macroagregados aumentou a taxa de degradação do carbono, indicando que a oclusão da matéria orgânica no interior desses agregados é importante mecanismo de proteção contra a ação dos microrganismos. Entretanto, a proteção física nos agregados foi pouco relevante para o aumento dos teores de carbono no solo com aplicação de lodo de esgoto.

Palavras-chave: Biossólido, fluorescência induzida por laser, carbono orgânico, agregados do solo.

Organic matter, aggregation and physical protection in soils treated with sewage sludge

ABSTRACT

Sewage sludge is byproduct of sewage treatment of industrial or municipal wastewater that can increase the levels and change the quality of organic matter, when properly applied to the soil. This study aimed to evaluate the organic matter in soils, in areas planted with corn, which received more than seven annual applications of sewage sludge, by quantifying the carbon and nitrogen stock changes and evaluating qualitative aspects of organic compartment. The evaluations were made in soil samples of the layers 0-0.05; 0.05-0.10; 0.10-0.20 and 0.20-0.40 m collected in two experimental areas, one after seven sludge applications and the other after twelve applications. The sludge doses ranged between 7 and 80 t ha⁻¹ yr⁻¹, in order to provide from the amount of N requirement for corn up to 8 times that amount. In addition areas that received only mineral fertilization and a control area without fertilization were evaluated. It was determined the total content of carbon and nitrogen, carbon content of humic fractions and degree of soil organic matter humification. It was evaluated the physical protection of organic matter in soil aggregate classes (from 9.52 to 4.00; 4.00 to 2.00; 2.00 to 0.25; 0.25 to 0.53 mm) to 0.20 m depth through degradation experiments in intact and crushed samples by respirometry method. The sewage sludge applications resulted in lower proportions of humin fraction compared to control and areas with mineral fertilization, indicating the presence of less recalcitrant organic matter. This effect has been confirmed by low values for the degree of humification obtained in treatments with application of sewage sludge. Regarding the physical protection of organic matter in the aggregates, it was found that the breaking of carbon macroaggregates increased degradation rate, indicating that the occlusion of organic matter within these aggregates is important protective mechanism against the action of microorganisms. However, the physical protection in aggregates was of little relevance to increasing carbon levels in the soil with application of sewage sludge.

Keywords: Biosolids, laser-induced fluorescence, organic carbon, soil aggregates.

CAPÍTULO I

1. INTRODUÇÃO

A matéria orgânica do solo (MOS) é um material complexo formado a partir da decomposição parcial de resíduos de origem vegetal e/ou animal, bem como processos de síntese e re-síntese com participação efetiva da comunidade microbiana edáfica.

Apesar de encontrar-se em torno de 1 a 5% na maioria dos solos agrícolas, a matéria orgânica exerce importante papel na manutenção da qualidade e fertilidade do solo. A MOS desempenha diversas funções no sistema edáfico, uma vez que influencia seus principais processos químicos, físicos e microbiológicos, refletindo diretamente na capacidade produtiva do mesmo. Essa influência da matéria orgânica advém da sua sensibilidade ao manejo utilizado e da sua própria capacidade na ciclagem dos nutrientes no sistema.

Diversas alternativas de manejo têm priorizado a manutenção ou aumento da MOS, uma vez que o balanço entre entradas e saídas determina o status desse compartimento. Dentre as alternativas pode-se destacar a reciclagem agrícola de resíduos orgânicos, tal qual lodos de esgoto, cujas aplicações têm como base, geralmente, o fornecimento de N inorgânico, o que conduz a doses entre 7 e 10 t ha⁻¹ (aproximadamente 3 a 4 t ha⁻¹ de carbono aplicados).

A reciclagem de lodos de esgoto no solo pode alterar a dinâmica da MOS, uma vez que as características desse resíduo em função do seu processo gerador são diversos. Portanto, o conhecimento acerca dos processos de mineralização e estabilização dessa matéria orgânica torna-se fundamental.

A mineralização de parte da fração orgânica do lodo após aplicação no solo é relativamente rápida e responde por cerca de 20 a 40% do carbono adicionado. O restante é material recalcitrante no ambiente em função da própria composição química do resíduo adicionado ou de interações com a fração mineral dos solos. A ligação dessa matéria orgânica com as partículas primárias do solo induz à formação de estruturas secundárias (agregados), que podem ser responsáveis por parte do carbono retido no solo.

Os principais mecanismos que atuam na estabilização do carbono no solo são: estabilização bioquímica, interação com os minerais do solo ou estabilização química e proteção física em agregados do solo. As informações sobre a atuação de tais mecanismos em sistemas manejados com lodo de esgoto são escassas, principalmente em áreas com sucessivas aplicações desse resíduo, ou seja, com efeitos em longo prazo. Acredita-se que

mecanismos envolvendo a fração mineral dos solos são importantes em ambiente tropical onde na fração argila predominam óxidos e hidróxidos de ferro e alumínio.

Um aspecto positivo em estudos com MOS refere-se ao uso mais recente de técnicas espectroscópicas para melhor detalhamento qualitativo do compartimento orgânico em solos tratados com lodo de esgoto. No entanto, tais técnicas são consideradas destrutivas e de elevado custo. Neste contexto, surge a espectroscopia de fluorescência induzida por laser (FIL) como técnica promissora, eficiente e precisa para a obtenção do grau de humificação da matéria orgânica em solos inteiros.

Diante disso, este trabalho teve como objetivo avaliar a matéria orgânica em solos que receberam por mais de sete anos aplicações anuais de lodo de esgoto, de forma a quantificar alterações do carbono e do nitrogênio, bem como avaliar aspectos qualitativos do compartimento orgânico edáfico. Para isso, técnicas tradicionais de investigação da MOS, como determinação dos teores totais de carbono e de nitrogênio, incubações e fracionamento químico foram utilizadas em conjunto com procedimento menos convencional de separação de agregados e uso de técnica espectroscópica.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Lodo de esgoto como fonte de matéria orgânica

Lodos de esgoto são resíduos semi-sólidos predominantemente orgânicos, com teores variáveis de componentes inorgânicos provenientes do tratamento de águas residuárias domiciliares e/ou industriais (ANDRADE, 1999). Sua composição química varia de acordo com o processo utilizado nas estações de tratamento de esgoto (ETEs), em função da origem (residencial e/ou industrial) e da época do ano (MELO & MARQUES, 2000). Em média os esgotos domésticos são constituídos por uma mistura de água (99,9%) e sólidos (0,1%), sendo que do total de sólidos, 70% são orgânicos (proteínas, carboidratos, gorduras, etc.) e 30% inorgânicos (areia, sais, metais, etc.), cuja disposição final constitui um grande problema operacional para as estações de tratamento (ANDREOLI, 1999; FERNANDES et al., 2000).

Segundo BETTIOL & CAMARGO (2001), um lodo de esgoto típico apresenta em média 40% de matéria orgânica, 4% de nitrogênio (N), 2% de fósforo (P) e micronutrientes como zinco, cobre, ferro, manganês e molibdênio. A qualidade do lodo de esgoto está diretamente ligada ao nível sócio-econômico de uma nação, já que é resultante dos hábitos culturais, saneamento, saúde e estágio de desenvolvimento industrial de um país (PIGOZZO, 2003). Na tabela 1 pode ser verificada a composição quanto alguns atributos de interesse agrônomo de lodos de esgoto de diferentes origens do Estado de São Paulo.

Geralmente o carbono (C) é o elemento em maior concentração nos lodos de esgoto, evidenciando a participação expressiva da fração orgânica na massa seca total desse resíduo, com teores de matéria orgânica (MO) entre 18 a 50% (BOYD et al., 1980). O N também se destaca na constituição de lodos de esgoto, apresentando-se em concentrações relativamente altas (Tabela 1). Tal aspecto é de fundamental importância, pois o cálculo da dose de lodo com base no fornecimento de N às plantas é a forma de recomendação mais frequentemente utilizada (CONAMA, 2006).

Tabela 1. Valores médios de alguns atributos de interesse agrônômico obtidos a partir de resultados de análises químicas de lodos de esgoto (n = 14) utilizados em experimentos no estado de São Paulo ⁽¹⁾.

Parâmetros	Unidade	Média ± Desvio Padrão
Umidade	g kg ⁻¹	562 ± 221
pH	---	6,6 ± 1,3
Carbono	g kg ⁻¹	296 ± 70
Nitrogênio	g kg ⁻¹	31 ± 12
C/N	---	10 ± 2

⁽¹⁾ Fonte: ANDRADE & MATTIAZZO (2000); GALDOS et al. (2004); CHIBA (2005); COLODRO & ESPÍNDOLA (2006); DE MARIA et al. (2007); LOBO & GRASSI FILHO (2007); PIRES & MATTIAZZO (2007); ARAÚJO et al. (2009); LOBO (2010); DE PAULA et al. (2013); AVALHÃES (2014).

O crescimento populacional, a industrialização, a urbanização e a pressão da sociedade pelo uso racional dos recursos naturais, com destaque para a água, cuja escassez é preocupação para as próximas gerações, conduz a um cenário de expansão dos sistemas de tratamento de esgotos e, conseqüentemente, de geração de lodo (ANDREOLI, 2002; QUINTANA et al., 2011). Dados do Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento, do Ministério das Cidades, indicam que 57% da população brasileira ainda não têm acesso à coleta de esgoto e, do total coletado, apenas 35% é tratado (SINS, 2010).

Considerando-se a expansão dos sistemas de coleta e tratamento dos esgotos há necessidade de se definir estratégias e alternativas para a disposição final do lodo no ambiente. A disposição adequada do lodo de esgoto torna-se, então, um desafio, pois alternativas como incineração, disposição em aterros sanitários e disposição no oceano, ou são proibidas por lei (BEECHER et al., 2008), ou são de custo elevado (GONÇALVES & LUDUVICE, 2000).

Nas últimas décadas o principal destino do lodo de esgoto no Brasil tem sido a disposição em aterros sanitários, mas essa situação deve mudar nos próximos anos em função da Política Nacional de Resíduos Sólidos - PNRS (Brasil, 2010). A PNRS determina que a disposição de resíduos em aterros sanitários seja realizada após tentativa de reciclagem ou reutilização desses materiais, o que é bastante aplicável quando considerados resíduos de matriz predominantemente orgânica, como lodos de esgoto.

Nesse contexto, a reutilização agrícola do lodo de esgoto como fertilizante é considerada promissora, economicamente viável e ambientalmente aceitável, se realizada a partir de procedimentos e critérios definidos em normas e resoluções em âmbito estadual e

federal, como são os casos da Norma P4.230 (CETESB, 1999) e da Resolução n. 375 do CONAMA (CONAMA, 2006), respectivamente.

A reciclagem do lodo de esgoto na agricultura pode proporcionar benefícios agronômicos no sistema de produção agrícola (POGGIANI, 2000). Por ser um resíduo rico em matéria orgânica, macro e micronutrientes fundamentais para a fertilidade do solo, o lodo de esgoto vem sendo recomendado como fertilizante e/ou condicionador de solo, principalmente pela possibilidade de manutenção ou aumento do teor de C edáfico (DÍAZ-BURGOS & POLO, 1991; ALBIACH et al., 2001). Pesquisas têm evidenciado efeitos benéficos da aplicação do lodo de esgoto nas propriedades do solo. O lodo de esgoto tem contribuído para a elevação dos teores de P (SILVA et al., 2002), correção da acidez do solo (BERTON et al., 1989), aumento da capacidade de troca de cátions (MELO et al., 1994; OLIVEIRA et al., 2002; GALDOS et al., 2004), elevação da fração húmica da matéria orgânica (MELO et al., 1994), aumento da MO, capacidade de retenção de água e estabilidade de agregados (JORGE et al., 1991; MELO et al., 2004; DE MARIA et al., 2007), além disso, o lodo de esgoto também influencia as propriedades biológicas, incrementando a atividade microbiana do solo (MELO et al., 2001).

Os benefícios gerados pela aplicação de lodo de esgoto aos solos encontram-se alicerçados na dinâmica da matéria orgânica presente nesse resíduo (AYUSO et al., 1992; BOYLE & PAUL, 1989; ALBIACH et al., 2001). A recomendação da dose de lodo de esgoto para aplicação no campo é baseada na dinâmica do material orgânico (CETESB, 1999; CONAMA, 2006), desde que outros aspectos, como por exemplo, teores de metais pesados e presença de organismos patogênicos, estejam de acordo com a legislação. Na prática, a dose de lodo de esgoto para aplicação no solo é regida pela capacidade de fornecimento de N pelo resíduo e a demanda da cultura por este nutriente, sendo que sua fração predominante no lodo está sob formas orgânicas (ANDRADE, 2004), e, portanto, deve ser mineralizada para absorção pelas plantas.

De modo geral, lodos de esgoto podem afetar a dinâmica da matéria orgânica em função da sua composição e processo de mineralização após aplicação no solo, principalmente quando se trata de aplicações sucessivas, o que influencia o estoque de C, em função de alterações no teor desse elemento (BOYLE & PAUL, 1989; MELO et al., 1994; OLIVEIRA et al., 2002; VAZ & GONÇALVES, 2002; SIMONETE et al., 2003) e/ou na densidade do solo (JORGE et al., 1991; MARCIANO, 1999). No entanto, o remanescente de MO proveniente do lodo e/ou originado em função de sua aplicação

(frações quimicamente mais estáveis e de difícil degradação, como as substâncias húmicas, por exemplo) pode representar uma forma de reserva ou sequestro de carbono no solo (YANG et al., 2004).

Apesar de ser fonte de MO e de nutrientes, o lodo de esgoto pode apresentar limitações como a contaminação do solo por metais pesados (alumínio, cádmio, cromo, mercúrio, cobre, chumbo entre outros) que de alguma forma exercem efeitos negativos no crescimento das plantas e processos bioquímicos no solo, uma vez que a presença de tais elementos podem inibir a decomposição do material orgânico, a mineralização do N e o processo de nitrificação (TSUTIYA, 2001). Além disso, o lodo também pode conter microrganismos patogênicos, como vírus, bactérias, fungos, protozoários e helmintos que são nocivos à saúde humana.

Ressalta-se ainda a falta de aceitação do uso do lodo de esgoto tanto por produtores quanto pelos consumidores finais, o que pode ser um entrave para a viabilidade da utilização do resíduo. Assim, o preconceito ante a utilização do lodo de esgoto como fertilizante pode prejudicar a aceitação e a comercialização de produtos que tenham sido cultivados utilizando lodo de esgoto (SOUTO, 2007).

No entanto, ainda que existam alguns riscos, estes devidamente abordados nas normas e resoluções pertinentes, os benefícios da reutilização adequada do lodo de esgoto na agricultura (reciclagem de matéria e energia, redução de custos, uso racional de recursos naturais e promoção de melhorias químicas, físicas e biológicas edáficas) tornam plausível esta alternativa de disposição final do referido resíduo.

2.2 Matéria orgânica do solo e técnicas de estudo

A matéria orgânica do solo (MOS) é resultado da decomposição parcial, síntese e re-síntese de resíduos da biota, principalmente resíduos vegetais (SILVA & RESCK, 1997). Sua constituição é complexa, sendo formada por compostos ou frações com tempos de residência variando desde semanas até milhares de anos (BRADY, 1989). Dessa forma, as substâncias orgânicas presentes no solo vão desde materiais livres e com elevada biodisponibilidade, até componentes quimicamente mais estáveis, em íntima associação com a fase mineral (CHRISTENSEN, 1992).

Apesar de encontrar-se em torno de 1 a 5% na maioria dos solos agrícolas, a matéria orgânica (MO) exerce importante função na manutenção da qualidade e fertilidade do solo, uma vez que influencia os principais processos químicos, físicos e biológicos que ocorrem no mesmo (BRADY, 1989; CHAN et al., 2002; GLATZELA et al., 2003; PILLON et al., 2007). Assim, a MOS desempenha diversas funções no ambiente, atuando em processos fundamentais como ciclagem e disponibilidade de nutrientes, solubilização de fertilizantes, complexação de metais tóxicos, poder tampão, fluxo de gases para a atmosfera e agregação do solo (STEVENSON, 1994; SOARES et al., 2008), além de ser fonte de energia para a atividade biológica (SCHNITZER, 1982).

Em geral, a MOS é dividida em duas frações: a matéria orgânica viva e a matéria orgânica não viva (STEVENSON, 1984). A matéria orgânica viva constitui aproximadamente 5% do carbono orgânico do solo (COS), sendo composta por raízes de plantas (5-10%), macrofauna do solo (15-30%) e microrganismos do solo (60-80%) (CAMBARDELLA & ELLIOT, 1992). A matéria orgânica não viva constitui aproximadamente 95% do COS e compreende a matéria orgânica leve, os compostos orgânicos dissolvidos e a matéria orgânica estabilizada no solo ou húmus.

A matéria orgânica leve ou MOP, também chamada de fração lábil compreende cerca de 10-30% do carbono orgânico total (COT) do solo e é constituída por resíduos de plantas recém-adicionados ao solo, em diferentes estágios de decomposição (CAMBARDELLA & ELLIOT, 1992). E apresenta alta taxa de decomposição e curto período de permanência no solo (WOLF & SNYDER, 2003). Sua principal função do ponto de vista agrônômico é fornecer nutrientes às plantas por meio do processo de mineralização, promovido pelos organismos do solo (RESENDE et al., 2007) ou, do ponto de vista ecológico, servir como base da cadeia alimentar dos organismos do solo.

O termo húmus é usado de forma generalizada para designar substâncias não húmicas e húmicas presentes no solo. As substâncias não húmicas são grupos de compostos orgânicos bem definidos (proteínas e aminoácidos, carboidratos simples e complexos, resinas, ligninas, lipídeos, ácidos orgânicos, ácidos nucleicos entre outros) e representam de 10 a 15% da reserva total do carbono orgânico nos solos minerais (CAMARGO et al., 1999).

As substâncias húmicas constituem a maior parte do COT nos solos, de 85 a 90%, apresentando alta reatividade e interação com as superfícies minerais e espécies químicas em solução (MOREIRA & SIQUEIRA, 2002). A alta reatividade é explicada pelo

enriquecimento em grupos funcionais contendo oxigênio na forma de carboxilas, hidroxilas fenólicas e carbonilas (SARGENTINI JÚNIOR et al., 2001; PORTUGAL et al., 2008). Além disso, são relativamente mais estáveis e recalcitrantes no ambiente, comparativamente às substâncias não húmicas (STEVENSON, 1994), podendo permanecer no solo por séculos ou até milênios (KHAN, 1972).

Por causa da complexidade de seus componentes, a identificação dos compartimentos ou frações da MOS é de grande importância para o entendimento de sua dinâmica em determinado sistema. Essa identificação pode auxiliar na formulação de estratégias que preservem a MOS e viabilizem sistemas produtivos mais sustentáveis (MENDONÇA, 2007; CERETA et al., 2008).

Vários métodos são utilizados nos estudos da MOS. É importante ressaltar que a escolha do método de fracionamento depende da natureza desses estudos, sejam esses para a caracterização e a identificação química de componentes específicos da MO ou para a quantificação e/ou descrição de compartimentos reconhecidamente relacionados com suas funções no solo (COLLINS et al., 1997; PINHEIRO et al., 2004).

2.2.1 Fracionamento químico

Uma das formas clássicas de se conhecer as frações ou compartimentos da matéria orgânica do solo é a separação em frações por meio de diferenças de solubilidade em solução ácida e/ou alcalina (CANELLAS et al., 2001; CAMARGO et al., 2006). Esse fracionamento é denominado “fracionamento químico” e em função das diferenças de solubilidade das substâncias húmicas obtém-se fundamentalmente três frações: os ácidos fúlvicos (AF), os ácidos húmicos (AH) e as huminas (HU).

Os AF apresentam maior polaridade e menor massa molecular (entre 1.000 e 5.000 Daltons), são solúveis tanto em solução ácida, como em solução alcalina (STEVENSON, 1994; SILVA & MENDONÇA, 2007). A solubilidade ajuda a explicar o fato dos AF representarem a fração mais lábil dentre as frações húmicas do solo e, também, a alta mobilidade dos AF no solo, que tendem a formar complexos com cátions metálicos (BENITES et al., 2003). São constituídos por polissacarídeos, aminoácidos e compostos fenólicos e a quantidade expressiva de grupamentos funcionais oxigenados (grupos

carboxílicos e fenólicos) explica a maior reatividade dos AF em relação às outras duas frações (CANELLAS et al., 2001).

Os AH são definidos como substâncias de coloração escura, constituídas por macromoléculas de massa molecular elevada (entre 2.000 e 1.300.000 Daltons), formadas por meio de reações de síntese secundária a partir de resíduos de plantas, animais e microrganismos (STEVENSON, 1994). Essa fração se apresenta relativamente mais concentrada em carbono e empobrecida em oxigênio, comparativamente com os AF e HU, mas com concentração de hidrogênio similar aos AF (PICCOLO, 2002; CANELLAS & FAÇANHA, 2004). São insolúveis em meio ácido e solúveis em meio alcalino, com estrutura complexa e tendência de apresentar maior concentração de grupos aromáticos e menor de grupos carboxílicos e C-O alquil se comparados aos AF (CANELLAS et al., 2001; PICCOLO, 2002). Além disso, os AH são menos ácidos que os AF, devido aos menores teores de grupamentos carboxila (PICCOLO, 2002). De modo geral, os AH constituem a fração reativa mais estável da MO (CANELLAS et al., 2001) refletindo as condições ambientais e o uso e manejo do solo que interferiram na sua formação, sendo, portanto, considerada marcador natural do processo de humificação (CANELLAS et al., 2003).

A HU representa a MO intimamente ligada à fração mineral do solo, sendo por isso insolúvel tanto em meio ácido, como em meio alcalino. Apresenta baixa reatividade e é responsável pela agregação das partículas, compondo boa parte do carbono humificado na maioria dos solos tropicais (BENITES et al., 2003), o que pode ser justificado pela diminuição do percentual das frações AF e AH no solo, devido a menor estabilidade, processos de movimentação no perfil, polimerização e mineralização dessas frações (LEITE et al., 2003).

Variações no fracionamento químico da MOS são geralmente relacionadas com o extrator utilizado, tais como bases fortes, sais neutros ou solventes orgânicos. A Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas (IHSS) recomenda o uso de hidróxido de sódio (NaOH – uma base forte) (SWIFT, 1996), pela maior eficiência na extração das frações ácidos fúlvicos e ácidos húmicos (GUERRA et al., 2008). Outros métodos também têm sido utilizados, como o que emprega solução de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 0,15 mol L⁻¹, em que a extração é menos eficiente do que com NaOH, porém mais seletiva (DICK et al., 2009).

2.2.2 Fracionamento físico

Historicamente, diversos procedimentos químicos baseados em solubilidade e extração para quantificação do carbono em amostras de solo e resíduos orgânicos foram desenvolvidos e recomendados (WALKLEY & BLACK, 1934; NELSON & SOMMERS, 1975; HEANES, 1984; CIAVATTA et al., 1989; BLAIR et al., 1995; SWIFT, 1996; CHAN et al., 2001). No entanto, o uso de substâncias químicas na extração pode promover alteração da natureza do material orgânico, gerando resultados mais relacionados ao extrator, do que às características da matéria orgânica originalmente presente (FLAIG et al., 1975).

Neste contexto, o fracionamento físico da MO surgiu como alternativa, uma vez que é baseado na separação das partículas orgânicas do solo quanto ao tamanho (peneiramento) e/ou densidade. Os métodos de fracionamento físico granulométrico, densimétrico ou tamanho de agregados, permitem a separação de frações suficientemente distintas entre si (FELLER, 1997; BALESIDENT, 1996). A técnica do fracionamento físico é utilizada para melhor entendimento dos compartimentos orgânicos do solo e sua interação com as frações minerais (GREGORICH et al., 2006), uma vez que a MOP é muito sensível às mudanças de manejo do solo (CAMBARDELLA, 1998; GREGORICH et al., 1996).

O fracionamento físico densimétrico baseia-se na diferença de densidade entre as frações orgânicas livres e os complexos organominerais, permitindo a separação e a quantificação dos compartimentos mais lábeis da MOS, a fração leve, a qual representa de 10 a 30% do carbono orgânico (JANZEN et al., 1994). A fração leve (FL) é constituída pela matéria orgânica não complexada e divide-se em fração leve livre e fração leve intra-agregado.

A fração leve livre (FLL) é composta por materiais orgânicos derivados principalmente de restos de vegetais (GOLCHIN et al., 1994; FREIXO et al., 2002), mas contendo quantidades de resíduos microbianos e da microfauna (GREGORICH et al., 2006), além de apresentarem rápida taxa de decomposição (JANZEN et al., 1994). A fração leve intra-agregado (FLI) ou fração oclusa constitui-se de parte da FL incorporada e fisicamente estabilizada em macroagregados (> 250 µm), compreendendo um variado conjunto de compostos orgânicos, com tamanho reduzido e grau de decomposição mais

avançado em comparação com a FLL (BALDOCK et al., 1992; CHRISTENSEN, 2000; FREIXO et al., 2002; PINHEIRO et al., 2004).

O fracionamento físico granulométrico permite a separação dos compartimentos mais humificados da MOS, a chamada fração pesada. A fração pesada (FP) engloba o carbono ligado à fração mineral do solo, areia, silte e argila, apresentando grau mais avançado de decomposição, sendo mais estáveis às mudanças em função do manejo (FELLER & BEARE, 1997). O carbono associado a esta fração contribui com a maior parte do total de carbono do solo, cuja dinâmica pode estar intimamente relacionada à sua textura (CHRISTENSEN, 1992; FREIXO et al., 2002).

2.2.3 Outras técnicas

O uso de técnicas espectroscópicas para auxiliar na caracterização da MOS e, mais comumente, de suas frações, tem permitido avanços importantes na compreensão de processos edáficos envolvendo a dinâmica do compartimento orgânico. As principais técnicas utilizadas são: espectroscopias na região do ultravioleta-visível e na região do infravermelho com transformada de Fourier, ressonância magnética nuclear, ressonância paramagnética nuclear e fluorescência induzida por laser.

A espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) em estudos das substâncias húmicas da MO representa avanços significativos na avaliação do seu grau de humificação e reações. O principal interesse na espectroscopia do UV-Vis reside em análises qualitativas da MO (ABREU JUNIOR et al., 2009), com uso principal para caracterização das substâncias húmicas, principalmente AH e AF (BAYER et al., 2002), destacando-se, nesse sentido, a simplicidade, a rapidez de resultados e o baixo custo operacional.

A espectroscopia UV-Vis se baseia em transições eletrônicas, resultantes da absorção de luz azul por moléculas que durante o processo de irradiação, têm um dos seus elétrons excitado do orbital que ocupa no estado funcional, para outro orbital de maior energia (RICE, 2001). O principal parâmetro usado para caracterização das substâncias húmicas na análise de UV-Vis é a razão entre a absorbância de 465 nm e a absorbância a 665 nm, denominada relação E_4/E_6 , utilizada geralmente para soluções aquosas diluídas de AH e AF. A razão E_4/E_6 é independente da concentração das substâncias húmicas em

solução, variando de acordo com o pH e o tipo de solo (CANELLAS & RUMJANEK, 2005). O valor dessa razão relaciona-se com o grau de condensação dos componentes aromáticos (KONONOVA, 1996). De forma geral, quanto menor o valor da relação E_4/E_6 , maior é o grau de condensação das moléculas orgânicas, indicando maior concentração de compostos aromáticos, ou seja, a presença de uma matéria orgânica mais humificada (STEVENSON, 1994; CANELLAS & RUMJANEK, 2005; MARTIN-NETO et al., 2009). A relação E_4/E_6 pode também ser relacionada com o peso molecular das substâncias húmicas (CHEN et al., 1997).

A UV-Vis é normalmente utilizada em conjunto com outras técnicas espectroscópicas, ou seja, de forma complementar (SAAB & MARTIN-NETO, 2007). Por exemplo, em conjunto com a fluorescência é possível avaliar características importantes como capacidade de complexação, constantes de dissociação e grau de humificação (CANELLAS & RUMJANEK, 2005), sendo que quando usada de forma exclusiva, a UV-Vis não é indicada para conclusões acerca do grau de humificação (MACMARTHY & RICE, 1985).

A absorção de radiação em comprimentos de onda específicos na região do infravermelho, provocando vibração de ligações químicas e estruturas moleculares nas substâncias é o fundamento da espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Essa vibração ocorre na forma de estiramento, em que os átomos vibram em um mesmo eixo, podendo variar a distância entre eles, a deformação ou a direção em relação ao eixo da ligação (STEVENSON, 1994). As frequências de vibração são específicas e correspondem a níveis de energia da molécula, que dependem da forma da superfície de energia potencial da molécula, da geometria molecular, das massas dos átomos e eventualmente do acoplamento no eixo de vibração. A região de maior interesse espectroscópico situa-se entre $4000-400\text{ cm}^{-1}$ (STEVENSON, 1994).

A aplicação dessa técnica é comum na análise de substâncias húmicas, podendo ser aplicada em amostras sólidas, líquidas ou gasosas. Os espectros do infravermelho consistem na representação gráfica da relação entre a intensidade de absorbância ou transmitância e a energia da radiação de infravermelho, expressa em número de ondas. Os espectros são caracterizados por diversas bandas de absorção específicas para cada molécula que podem indicar diferentes grupos funcionais nas frações húmicas (SILVERSTEIN, 1994; SANTOS et al., 2008; SILVA et al., 2008), o que permite a identificação de possíveis processos de oxidação e alteração de grupos funcionais como

carboxilas, carbonilas, aminas e hidroxilas que podem estar associadas a práticas de manejo, como correção da acidez do solo (SANTOS et al., 2006) e aporte de material orgânico no solo (AVALHÃES, 2014)

A espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN) consiste na absorção ressonante de radiação eletromagnética radiofrequente (MHz) por núcleos com spin nuclear diferente de zero e sujeitos a campo magnético. É uma técnica muito sensível na caracterização da matéria, permitindo a identificação e quantificação de grupos funcionais presentes nas substâncias húmicas (ABREU JUNIOR et al., 2009). Geralmente, o método mais usado para a caracterização das substâncias húmicas é o ^{13}C em estado sólido, em que se utiliza a polarização cruzada e a rotação no ângulo mágico (CP-MAS). O núcleo ^{13}C , por se encontrar uniformemente distribuído, é o ideal para avaliação do processo de humificação da matéria orgânica no solo. No entanto, devido à baixa abundância natural deste núcleo, as análises são muito demoradas, requerendo, às vezes, um período de mais de 24 horas (RUMJANEK, 2005; ABREU JUNIOR et al., 2009). Os principais grupos funcionais das substâncias húmicas detectados no espectro gerado por ^{13}C RMN, são: grupos alifáticos (0-46 ppm), N-alifáticos e metoxílicos (46-67 ppm), o-alifáticos (67-94 ppm), di-alifáticos (94-110 ppm), aromáticos (110-144 ppm), o-aromáticos (144-164ppm), carboxílicos (164-188 ppm) e carbonílicos (188-230 ppm).

Com a espectroscopia de RMN pode-se avaliar as estruturas e o grau de humificação das substâncias húmicas da MO, porém, esta técnica apresenta limitação quanto ao uso em função do custo excessivo das análises (MILORI et al., 2002). Esse tipo de espectroscopia é versátil e amplamente usada na avaliação qualitativa da MO em diferentes solos e sistemas de manejo no Brasil (ABREU JUNIOR et al., 2009). De acordo com STEVENSON (1994), em solos que não receberam material orgânico periodicamente, o conteúdo de compostos aromáticos presente nos AH é superior aos solos com aporte de material orgânico. SANTOS et al. (2006) observaram que a adição de lodo de esgoto a Latossolos promoveu diminuição da quantidade de carbonos aromáticos no solo. A aplicação de lodo de esgoto como fonte matéria orgânica aumenta a porcentagem de grupos alifáticos, sendo os AH menos humificados (NARIMOTO, 2006).

A espectroscopia de ressonância paramagnética nuclear (RPE) baseia-se na absorção de energia de elétrons desemparelhados de determinado átomo, molécula ou íon, quando estes se encontram sujeitos à aplicação de um campo magnético (COLNAGO et al., 1996) e permite analisar amostras sólidas, líquidas e gasosas. É efetuada em uma

frequência em torno de 9 GHz, conhecida como banda-X de frequência, ou de 35 GHz, denominada banda-Q (MARTIN-NETO et al., 1991). Essa técnica possui alta sensibilidade, identifica e determina a concentração do elemento paramagnético, informa o estado de valência, localiza e identifica os radicais livres (CERETA et al., 2008), podendo-se inferir sobre o grau de humificação da MOS (MARTIN-NETO et al., 2001).

A técnica de espectroscopia por RPE tem sido utilizada na quantificação de radicais livres do tipo semiquinonas em AF e AH, caracterizando essas frações qualitativamente (REX, 1996; MARTIN-NETO et al., 1991). Trabalhos, cuja base foi a observação da relação direta entre o aumento do grau de humificação e aumento da concentração de radicais livres na matéria orgânica humificada evidenciaram alto grau de correlação entre o conteúdo de radicais livres do tipo semiquinonas e o grau de humificação da MO (SCHNITZER & LAVESQUE, 1979; MILORI et al., 2002; SAAB et al., 2003). A observação da reatividade e do grau de humificação da MO pela espectroscopia de EPR é complexa e envolve equipamentos de custo elevado (MILORI et al., 2002).

A aplicação das técnicas de análises espectroscópicas abordadas tem auxiliado no entendimento dos processos relacionados com a dinâmica da MO, principalmente em termos de grau de humificação da MO, uma vez que permitem a observação das mudanças que ocorrem na conformação estrutural dos seus grupos funcionais (GONZÁLEZ-PÉREZ et al., 2004; MILORI et al., 2006). No entanto, o uso destas técnicas, geralmente exige o fracionamento químico das substâncias húmicas do solo, fazendo com que os produtos deste tratamento (AF, AH e HU) possam sofrer modificação em relação a sua forma *in situ* (FELLER & BEARE, 1997). Além dessas limitações, as análises por RMN de ¹³C no estado sólido e por RPE apresentam restrição para aplicação em AH extraídos de solos tropicais devido ao considerável teor de óxidos de ferro (GONÇALVES et al., 2003).

A fluorescência induzida por laser (FIL), por sua vez, tem se mostrado eficiente na análise da MO de solos com alto teor de óxidos de ferro (Latosolos e Argissolos), fornecendo resultados de forma rápida e em condições próximas às naturais (MILORI et al., 2006; GONZALEZ-PÉREZ et al., 2006a; GONZALEZ-PÉREZ et al., 2007).

A FIL baseia-se na análise de pastilhas de solo, amostras de solo prensadas em molde de aço (1cm de diâmetro e 2 mm de espessura), em que essa amostra é excitada com um laser de argônio sintonizado na linha de 458 nm com potência de 300 mW, onde em seguida a fluorescência emitida é coletada por lente convergente com foco sobre monocromador. A detecção é realizada em fotomultiplicadora, com pico de resposta

espectral em 530 nm. O sinal da fotomultiplicadora é amplificado e retificado por um amplificador “lock-in” e em seguida enviado para um sistema de aquisição controlado por um computador. A resolução espectral deste sistema para fluorescência de solos é de aproximadamente 4 nm (MILORI et al., 2006).

A FIL diferencia rapidamente as frações humificadas em amostras de solo, uma vez que o comprimento de ondas dos espectros de emissão e excitação encontra-se em faixas maiores que os AH e AF. Através dessa técnica, é possível avaliar a humificação do solo inteiro (solo sem fracionamento físico ou químico e purificação), o que se deve ao fato do sinal de fluorescência do solo ter sua origem na MO (MILORI et al., 2006). Quando a excitação da MOS é feita com luz azul (~465 nm), principalmente as estruturas cuja concentração aumenta durante o processo de humificação são excitadas, como grupos funcionais com ligações insaturadas - anéis aromáticos conjugados e/ou substituídos, quinonas, entre outros (MILORI et al., 2006). Dessa maneira, a fluorescência total correlaciona-se com as características estruturais do carbono do solo e quando ponderada a partir do carbono orgânico total (COT) da amostra, fornece informações a respeito do grau de humificação (H_{FIL}) da MOS (MILORI et al., 2002).

O grau de humificação (H_{FIL}) da MOS é determinado a partir da razão entre a área do espectro de emissão da fluorescência com excitação em 458 nm (ACF) e a concentração de COT (MILORI et al., 2002), como equação que segue:

$$H_{FIL} = \frac{ACF}{COT}$$

Trabalhos têm demonstrado a eficiência da FIL para avaliação do grau de humificação da MO em amostras de solo sem fracionar (MILORI et al., 2006; GONZÁLEZ-PÉREZ et al., 2006; GONZÁLEZ-PÉREZ et al., 2007; SANTOS et al., 2009; MARTINS et al., 2011; SEGNINI et al., 2013), constatando que a FIL é de fácil implementação, alta sensibilidade e, geralmente, não-invasiva, o que é bastante útil para aplicações ambientais.

Em geral, as técnicas espectroscópicas fornecem informações sobre grupos funcionais constituintes da MO, possibilitando a avaliação do seu grau de humificação, apresentando a vantagem de se trabalhar com pequenas quantidades de material (GONZÁLEZ-PÉREZ et al., 2004).

2.3 Mecanismos de estabilização da matéria orgânica e agregação do solo

A matéria orgânica (MO) desempenha papel fundamental na manutenção da qualidade do solo e o seu acúmulo melhora diversas propriedades edáficas, como por exemplo, a agregação e, conseqüentemente, o sequestro de carbono atmosférico (MIELNICZUK et al., 2003). Para que ocorra incremento de MO no solo é necessário aumentar o aporte de resíduos orgânicos e diminuir as taxas de saída de carbono (C), correspondentes às perdas por mineralização, lixiviação de compostos orgânicos solúveis e erosão (PAUSTIAN, 1997; JANZEN, 1992; DAVIDSON & JANSSENS, 2006).

A estabilização da MO é inversamente relacionada com o potencial de oxidação do material (SOLLINS et al., 1996). É influenciada por características intrínsecas do solo e pelas práticas de manejo. Os mecanismos envolvidos na estabilização do material orgânico no solo são: estabilidade por interação com os minerais do solo ou estabilização química, estabilização bioquímica e proteção física em agregados do solo (JASTROW & MILLER, 1998; STEVENSON, 1994; CHISTENSEN, 2001; SIX et al., 2002).

A estabilidade por interação com os minerais do solo ou estabilização química da MO é resultado de ligações químicas e físico-químicas entre substâncias orgânicas e inorgânicas, que diminuem as taxas de degradação das moléculas orgânicas devido à complexação dos grupos funcionais e mudanças na conformação molecular – formando complexos organo-minerais (GUGGENBERGER & KAISER, 2003). Dentre os compostos orgânicos presentes no solo, são as substâncias húmicas e os polissacarídeos, com seus grupos funcionais, que interagem com a fração mineral (NEWMAN & HAYES, 1990).

No caso dos minerais do solo, àqueles presentes na fração argila apresentam-se mais ativos na formação de complexos organo-minerais, função da carga de superfície e da elevada superfície específica. Em solos tropicais, os óxidos e hidróxidos de Fe e de Al se destacam nesse sentido (SOLLINS et al., 1996), inclusive na adsorção de exoenzimas responsáveis pela degradação de compostos orgânicos, o que também contribui na estabilização da MO no solo (SCHNITZER, 1986).

Latossolos oxídicos exibem forte interação química entre as frações orgânica e mineral, sendo este mecanismo o principal responsável pela estabilização da MOS (SIX et al., 2004). Frações mais lábeis da MOS também podem ser parcialmente estabilizadas no sistema (RAZAFIMBELO et al., 2008), provavelmente devido à adsorção de exoenzimas, conforme citado anteriormente.

Cerca de 80% do total de carbono da MOS estão presentes nas frações areia, silte e argila (FREIXO et al. 2002; RANGEL & SILVA, 2007) e os 20% restantes fazem parte da chamada fração leve da MOS. Aumentos nos teores de carbono de um solo argiloso que recebeu aplicações de lodo de esgoto anualmente durante quatro anos foram verificados nas frações mais grosseiras (areia e silte), enquanto a fração argila representou a maior proporção de carbono do solo, porém sem alteração em função da aplicação de lodo (SOARES et al., 2008).

A estabilização ou recalcitrância bioquímica da MOS é decorrente da própria composição química das estruturas moleculares dos compostos orgânicos (composição elementar e grupos funcionais). Esse tipo de estabilização é atribuída à recalcitrância de compostos orgânicos (DIECKOW et al., 2009), como ligninas e polifenóis, os quais são preservados pela decomposição seletiva dos microrganismos (STEVENSON, 1994), ou ainda a moléculas sintetizadas por polimerização e condensação no processo de decomposição dos resíduos (SOLLINS et al., 1996; SIX et al., 2002).

A proteção física diz respeito à localização da MO no interior de agregados do solo (EDWARDS & BREMNER, 1967). Este tipo de proteção ocorre por efeito da agregação, fazendo com que parte da MO permaneça fisicamente protegida, ou seja, com acesso limitado dos microrganismos e de suas enzimas e menor difusão de O₂ e água (OADES, 1984; ELLIOTT, 1986; CHRISTENSEN, 1996). Esta barreira física à ação dos microrganismos dificulta a mineralização (TISDALL & OADES, 1982).

A proteção física da MOS é considerada o principal mecanismo de estabilização do C em sistemas conservacionistas de agricultura em regiões com clima temperado (FABRIZZI et al., 2009), embora possa desempenhar papel importante em solos agrícolas de regiões tropicais e subtropicais (BAYER et al., 2000; SIX et al., 2002b; DIECKOW et al., 2005; CONCEIÇÃO et al., 2008).

3. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU JUNIOR, C.H.; MARTIN-NETO, L.; MILORI, D.M.B.P.; SIMÕES, M.L.; SILVA, W.T.L. Métodos analíticos utilizados em química do solo. In: MELO, V.F; ALLEONI, L. R.F. Química e mineralogia do solo. Viçosa: SBCS, 2009. p.539.

ALBIACH, R.; CONET, R.; POMARES, F.; INGELMO, F. Organic matter componets, aggregate stability and biological activity in a horticultural soil fertilized with different rates of two sewage sludges during tem years. **Bioresouce Technology**, v.77, n.2, p.109-114, 2001.

ANDRADE, C. A. Nitratos e metais pesados em solos e plantas de Eucalyptus grandis após aplicação de biossólidos da ETE Barueri. Piracicaba, 1999. 65p. Dissertação (Mestrado) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo.

ANDRADE, C.A.; MATTIAZZO, M.E. Nitratos e metais pesados no solo e nas áreas após aplicação de biossólido (lodo de esgoto) em plantações florestais de eucalyptus grandis, **Scientia Forestalis**, n.58, p.59-27, 2000.

ANDRADE, C.A. Fração orgânica de biossólidos e efeito no estoque de carbono e qualidade da matéria orgânica de um Latossolo cultivado com eucalipto. 2004. 121 p. Tese (Doutorado na área de concentração em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004.

ANDREOLI, C.V.; LARA, A.I.; FERNANDES, F. **Reciclagem de biossólidos: transformando problemas em soluções**. Curitiba: Sanepar; Finep, 1999. 288p.

ANDREOLI, C.V. A gestão de biossólidos no Paraná. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ESPECIALIDADES EM MEDICINA VETERINÁRIA, 1., 2002. Curitiba. Anais... Curitiba: AMEVE, p.43-46, 2002.

ARAUJO, F.F.; GIL, F.C.; TIRITAN, C.S. Lodo de esgoto na fertilidade do solo, na nutrição de brachiaria decumbens e na atividade da desidrogenase. Pesquisa Agropecuária Tropical, v. 39, p.1-6, 2009.

AVALHÃES, C.C. **Avaliação da matéria orgânica de solos tratados com lodo de esgoto: uso de ferramentas quantitativas e espectroscópicas**. 2014. 94 p. Tese (Doutorado na área de concentração em Química na Agricultura e no Ambiente) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2014.

AYUSO, M.; HERNANDEZ, T.; GARCIA, C.; COSTA, F. Utilización d'un lodo aerobio como substitutivo de fertilizantes fosforados inorgánicos. Suelo y Planta, v.2, p.271-280, 1992.

BALESDENT, J. Un point sur l'évolution des réserves organiques des sols de France. **Etude et Gestion des sols**, v.3, p.245-260, 1996.

BALDOCK, J.A.; OADES, J.M.; WATERS, A.G.; PENG, X.; VASSALLO, A.M.; WILSON, M.A. Aspects of the chemical-structure of soil organic materials as revealed by solid-state C13 NMR-Spectroscopy. **Biogeochemistry**, v.16, p.1-42, 1992.

BENITES, V. M.; MADARI, B.; MACHADO, P. L. O. A. **Extração e fracionamento quantitativo de substâncias húmicas do solo: um procedimento simplificado de baixo custo**. Rio de Janeiro: Embrapa, 2003. 7p.

BEECHER, N. Overview. In: BLANC, R.J.; MATTHEWS, P.; RICHARD, R.P. (Eds.) **Global Atlas of Excreta, Wastewater Sludge, and Biosolids Management: moving forward the sustainable and welcome uses of a global resource**. Revisão 5. Nairobi: Programa das Nações Unidas para a Urbanização, 2008. p.15- 83.

BERTON, R. S.; CAMARGO, O. A.; VALADARES, J. M.A. S. Absorção de nutrientes pelo milho em resposta à adição de lodo de esgoto a cinco solos paulistas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.13, p.187-192, 1989.

BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. **Reciclagem do lodo de esgoto na agricultura**. In: MELO, I.S.; SILVA, C.M.S.; SCRAMIN, S.; SPESSOTO, A. (Org.). Biodegradação, Jaguariúna, p. 93-106, 2001.

BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; MARTIN-NETO, L.; ERNANI, P.R. Stocks and humification degree of organic matter soil as affected by no-tillage on a subtropical soil. **Plant Soil**, v.238, p.133-140, 2002.

BLAIR, G.J.; LEFROY, R.D.B.; LISLE, L. Soil carbon fractions based on their degree of oxidation, and the development of a carbon management index for agricultural systems. **Austrian Journal of Agricultural Research**, v.46, p.1459-1466, 1995.

BOYD, S.A.; SOMMERS, L.E.; NELSON, D.W. Changes in the humic acid fraction of soil resulting from sludge application. **Soil Science Society of America Journal**, v.44, p.1179-1186, 1980.

BOYLE, M.; PAUL, E.A. Carbon and nitrogen mineralization kinetics in soil previously amended with sewage sludge. **Soil Science Society of America Journal**, v.53, p.99-103, 1989.

BRADY, N. C. **Natureza e propriedades dos solos**. 7.ed. São Paulo: Freitas Bastos, 1989. 878p.

CAMARGO, F.A.O.; GIANELO, C.; TEDESCO, M.J. Nitrogênio orgânico do solo. In: CAMARGO, F.A.O. & SANTOS, F.A., eds. **Fundamentos da matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais**. Porto Alegre, Gênese, 1999. p.117-137.

CAMBARDELLA, C. A.; ELLIOT, E. T. Particulate soil organic matter changes across a grassland cultivation sequence. **Soil Science of America Journal**, Madison, v.56, p. 777-783, 1992.

CAMBARDELLA, C. 1998. Experimental verification of simulated soil organic matter pools. IN LAL L., KIMBLE J.M., FOLLETT R.A., STEWART B.A. eds. **Soil processes and the carbon cycle**. CRC Press, Boca Raton FL. p 519-526.

CANELLAS, L. P.; SANTOS, G. A.; RUMJANEK, V. M.; MORAES, A. A.; GURIDI, F. Distribuição da matéria orgânica e características de ácidos húmicos em solos com adição de resíduos de origem urbana. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.36, p.1529-1538, 2001.

CANELLAS, L. P.; VELLOSO, A. C. X.; MARCIANO, C. R.; RAMALHO, J. F. G. P.; RUMJANEK, V. M.; RESENDE, C. E.; SANTOS, G. A. Propriedades químicas de um Cambissolo cultivado com cana-de-açúcar, com preservação do palhico e adição de vinhaça por longo tempo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.27, p.935-944, 2003.

CANELLAS, L.P; FAÇANHA, A.R. Chemical nature of soil humified fractions and their bioactivity. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.39, p.233-240, 2004.

CARVALHO, P.C.T.; BARRAL, M.F. **Aplicação de lodo de esgoto como fertilizante. Fertilizantes**, Piracicaba, v.3, p.1-4, 1981.

CERETTA, C.A.; BAYER. C.; DICK, D.P.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L.A. Métodos espectroscópicos. In: SANTOS, G.A.; CAMARGO, F.A. O. In: **Fundamentos da matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais**. Metropole: Porto Alegre, 2008.p.201.

CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. **Aplicação de lodos de sistemas de tratamento biológico em áreas agrícolas – critérios para projeto e operação**. (Manual Técnico). Norma P 4230. São Paulo, 1999. 32p.

CHAN, K.Y.; BOWMAN, A.; OATES, A. Oxidizable organic carbon fractions and soil quality changes in a oxic paleustalf under different pasture leys. **Soil Science**, v.166, n.1, p.61-67, 2001.

CHIBA, M.K. **Uso de lodo de esgoto na cana-de-açúcar como fonte de nitrogênio e fósforo: parâmetros de fertilidade do solo, nutrição da planta e rendimento da cultura**. 2005. 142 p. Tese (Doutorado na área de concentração em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005.

CIAVATTA, C.; ANTISARI, L.V.; SEQUI, P. Determination of organic carbon in soils and fertilizers. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.20, p.759 773, 1989.

FLAIG, W.; BEUTELSPACHER, H.; RIETZ, E. Chemical composition and physical properties of humic substances. **Soil Components**, v.1, p.1-21, 1975.

COLNAGO, L.A.; MARTIN-NETO, L.; BISCEGLI, C.I.; NASCIMENTO, O.R.; BONAGAMBA, T.J.; PANEPUCCI, H.; VIEIRA, E.M.; SEIDEL, P.R.; SPOSITO, G.; OPELLA, S.J. Aplicações da ressonância magnética nuclear (RMN) e ressonância

paramagnética eletrônica (EPR); In: CRESTANA, S. (eds) **Instrumentação agropecuária: contribuições no limiar do novo século**. 1996.

COLODRO, G.; ESPÍNDOLA, C.R. Alterações na fertilidade de um Latossolo degradado em resposta à aplicação de lodo de esgoto. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.28, p.1-5, 2006.

CONAMA. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução n.º 375, de 29 de agosto de 2006. **Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 30 ago. 2006.

CONCEIÇÃO, P.C.; BOENI, M.; DIECKOW, J.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J. Fracionamento densimétrico com politungstato de sódio no estudo da proteção física da matéria orgânica em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, p.541-549, 2008.

CHRISTENSEN, B.T. Physical fractionation of soil and organic matter in primary particle size and density separates. **Adv. Soil Science**, v.20, p.1-90, 1992.

CHRISTENSEN, B.T. **Organic matter in soil - Structure, function and turnover**. Copenhagen, 2000. 95p.

DE MARIA, I.C.; KOCSSI, M.A.; DECHEN, S.C.F. Agregação do solo em área que recebeu lodo de esgoto. **Bragantia**, v.66, p.291-198, 2007.

DÍAZ-BURGOS, M.A.; POLO, A. Variaciones de la fracción orgánica durante el compostaje de lodos de depuradoras. **Suelo y Planta**, v.1, p.453-466, 1991.

DICK, D.P.; NOVOTNY, E.H.; DIECKOW, J.; BAYER, C. Química da matéria orgânica do solo. In: SENESI, N.; XING, B; HUANG, P. M. (Org.). **Química e mineralogia do solo: aplicações**. Viçosa: SBCS, 2009, v.2, p.2.

FABRIZZI, K.P.; RICE, C.W.; AMADO, T.J.C.; FIORIN, J.; BARBAGELATA, P.; MELCHIORI, R. Protection of soil organic C and N in temperate and tropical soils: Effect of native and agroecosystems. **Biogeochemistry**, v.92, p.129-143, 2009.

FERNANDES, A. L. T.; SANTINATO, R.; DRUMOND, L. C. D.; SILVA, R. P.; OLIVEIRA, C. B. Estudo de fontes e doses de matéria orgânica para adubação de cafeeiro cultivado no cerrado. In: SIMPÓSIO DE PESQUISAS DOS CAFÉS DO BRASIL, 2, 2000, Poços de Caldas. **Anais...** Poços de Caldas, 2000, p. 1042-1043.

FELLER, C.; BEARE, M. H. Physical control of soil organic matter dynamics in the tropics. **Geoderma**, v.79, p.69-116, 1997.

FERNANDES, S.A.P.; BETTIOL, W.; CERRI, C.C. & CAMARGO, P. Sewage sludge effects on gas fluxes at the soil- atmosphere interface, on soil d13 C and on total soil carbon and nitrogen. **Geoderma**, v.125, p.49-57, 2005.

FREIXO, A.A.; CANELLAS, L.P. & MACHADO, P.L.O.A. Propriedades espectrais da matéria orgânica leve-livre e leve intra-agregados de dois Latossolos sob plantio direto e preparo convencional. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.26, p.445-453, 2002.

GALDOS, M. V.; MARIA, I. C. DE.; CAMARGO, O. A. Atributos químicos e produção de milho em um Latossolo Vermelho eutroférico tratado com lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.28, p.569-577, 2004.

GLATZELA, S.; KALBITZ, K.; DALVAC, M.; MOOREC, T. Dissolved organic matter properties and their relationship to carbon dioxide efflux from restored peat bogs. **Geoderma**, v.113, p.397-411, 2003.

GONÇALVES, R.F.; LUDUVICE, M. Experiência da Companhia de Saneamento do Distrito Federal na reciclagem agrícola de biossólido. In: **Impacto ambiental do uso do lodo de esgoto**. Jaguariúna: EMBRAPA Meio Ambiente, 2000. p.153-162.

GONÇALVES, C.N., DALMOLIN, R.S. D., DICK, D.P., KNICKER, H., KLAMT, E. KÖGEL-KNABER, I., The effect of 10% HF treatment on the resolution of CP/MAS ¹³C NMR spectra and on the quality of organic matter in Ferralsols. **Geoderma**, v.116, p.373 – 392, 2003.

GONZÁLEZ-PEREZ, M.; MARTIN-NETO, L.; SAAB, S. C.; NOVOTNY, E. H.; MILORI, D. M. B. P.; BAGNATO, V. S.; COLNAGO, L. A.; MELO, W. J.; KNICKER, H. Characterization of humic acids from a Brazilian Oxisol under different tillage systems by EPR, ¹³C NMR, FTIR and fluorescence spectroscopy. **Geoderma**, v. 118, p.181-190, 2004.

GREGORICH E.G.; MONREAL C.M.; SCHNITZER M.; SCHULTEN H.R. Transformation of plant residues into soil organic matter: Chemical characterization of plant tissue, isolated soil fractions, and whole soils. **Soil Science**, v.161, p.680–693, 1996.

GOLCHIN, A.; OADES, J.M.; SKJEMSTAD, J.O. & CLARKE, P. Study of free and occluded particulate organic-matter in soils by solid-state ¹³C CP/MAS NMR-Spectroscopy and scanning electron-microscopy. **Journal Soil Research**, v.32, p.285-309, 1994.

GREGORICH, E. G.; BEARE, M. H.; MCKIM, U. F.; SKJEMSTAD, J. O. Chemical and biological characteristics of physically uncomplexed organic matter. **Soil Science Society of America Journal**, v.70, p.975-985, 2006.

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

GUERRA, J.C.M.; SANTOS, G. de A.; SILVA, L.S. da; CAMARGO, F.A.O. Macromoléculas e substâncias húmicas. In: SANTOS, G. de A. (Ed.). **Fundamentos da matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais**. 2.ed. Porto Alegre: Metrópole, 2008. p.19-26.

GUGGENBERGER, G. & KAISER, K. (2003). Mineral surfaces and soil organic matter **European Journal of Soil Science**, v. 54, p.219-236, 2003.

HEANES, D.L. Determination of total organic-C in soils by improved chromic acid digestion and spectrophotometric procedure. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.15, p.1191-1213, 1984.

JANZEN, H.H., CAMPBELL, C.A., BRANDT G.P., LAFOND, G.P., TOWNLEY-SMITH, L. Light-fraction organic matter in soils from long-term crop rotations. **Soil Science Society**, v.56, p.1799-1806, 1994.

JORGE, J.A.; CAMARGO, O.A.; VALADARES, J.M.A.S. Condições físicas de um Latossolo Vermelho-Escuro quatro anos após aplicação de lodo de esgoto e calcário. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.15, p.237-240, 1991.

KHAN, S.U.; SCHNITZER, M. The retention of hydrophobic organic compounds by humic acid. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v.36, p.745-754, 1972.

LEITE, L.F.C.; MENDONÇA, E.S.; NEVES, J.C.L.; MACHADO, P.L.O.A.; GALVÃO, J.C.C. Estoques totais de carbono orgânico e seus compartimentos em argissolo sob floresta e sob milho cultivado com adubação mineral e orgânica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.27, p.821-832, 2003.

LOBO, T.F. & GRASSI FILHO, H. Níveis de lodo de esgoto na produtividade do girassol. **Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal**. v.7, p.16-25, 2007.

LOBO, T.F. **Manejo de lodo de esgoto em rotações de culturas no sistema de plantio direto**. 2010. 198 p. Tese (Doutorado na área de Agronomia – Agricultura) - Faculdade de Ciências Agrônomicas, Universidade de São Paulo, Botucatu, 2010.

MARCIANO, C.R. **Alterações nos atributos físico-hídricos do solo pela aplicação de resíduos urbanos**. 1999. 74p. Tese (Doutorado) - Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1999.

MARTIN-NETO, L.; TRAGHETTA, D. G.; VAZ, C.M.P.; CRESTANA, S.; SPOSITO, G. On the interaction mechanisms of atrazine and hydroxyatrazine with humic substances. **Journal of Environmental**, v.30, p.520-525, 2001.

MARTIN-NETO, L.; NASCIMENTO, O.R.; TALAMONI, J.; POPPI, N.R. EPR of micronutrients-humic substances complexes extracted from a Brazilian soil. **Soil Science**, v.51, p.369-376, 1991.

MELO, W.J.; MARQUES, M.O.; SANTIAGO, G.; CHELLI, R.A. & LEITE, S.A.S. Efeito de doses crescentes de lodo de esgoto sobre frações da matéria orgânica e CTC de um Latossolo cultivado com cana-de-açúcar. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.18, p.449-455, 1994.

MELO, W.J. & MARQUES, M.O. Potencial do lodo de esgoto como fonte de nutrientes para as plantas. In: BETTIOL, W. & CAMARGO, O.A., eds. **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: EMBRAPA Meio Ambiente, 2000. p.109-141.

MELO, W. J.; MARQUES, M. O.; MELO, V. P. O uso agrícola do biossólido e as propriedades do solo. In: TSUTIYA, M.T. et al. (Eds.). **Biossólidos na agricultura**. São Paulo: Sabesp, 2001.

MELO, V.P.; BEUTLER, A.N.; SOUZA, Z.M.; CENTURION, J.F.; MELO, W.J. Atributos físicos de Latossolos adubados durante cinco anos com biossólido. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 39, P. 67-72, 2004.

MILORI, D. M. B. P.; MARTIN-NETO, L.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; BAGNATO, V. S. Humification degree of soil humic acids determined by fluorescence spectroscopy. **Soil Science**, v.167, p.739-749, 2002.

MILORI, D. M. B. P.; GALETI, H. V. A.; MARTIN-NETO, L.; DIECKNOW, J.; GONZÁLEZ-PEREZ, M.; BAYER, C.; SALTON, J. Organic matter study of whole soil samples using laser-induced fluorescence spectroscopy. **Soil Science Society of America Journal**, v.70, p.57-63, 2006.

MOREIRA, F. M. S.; SIQUEIRA, J.O. **Microbiologia e bioquímica do solo**. Lavras: UFLA, 2002. 626p.

NELSON, D.W.; SOMMERS, L.E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: BIGHAM, J.M. (Ed.). **Methods of soil analysis: chemical methods**. **Soil Science Society of America**, v.34, p.961-1010, 1996.

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, p.505-519, 2002.

PICCOLO, A. The supramolecular structure of humic substances: a novel understanding of húmus chemistry and implications in soil Science. **Advances in Agronomy**, v.75, p.57-134, 2002.

PIGOZZO, A. T. J. **Disposição de lodo de esgoto: acúmulo de metais pesados no solo e em plantas de milho (*Zea mays* L.)**. 2003. 200 f. Tese (Doutorado em Agronomia/Energia na Agricultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2003.

PILLON, Y.; FAY, M.F.; HEDRÉN, M.; BATEMAN, R.M.; DEVEY, D.S.; SHIPUNOV, A.B.; BANK, M. van der.; CHASE, M.W. Evolution and temporal diversification of western European polyploid species complexes in *Dactylorhiza* (Orchidaceae). **Taxonomy**, v.56, p.1185-1208, 2007.

PINHEIRO, E.F.M.; PEREIRA, M.G.; ANJOS, L.H.C. Fracionamento densimétrico da matéria orgânica do solo sob diferentes sistemas de manejo e cobertura vegetal em Paty do Alferes (RJ). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.28, p.731-737, 2004.

PIRES, A.M.M. & MATTIAZZO, M.E. Cinética de solubilização de metais pesados por ácidos orgânicos em solos tratados com lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.31, p.143-151, 2007.

POGGIANI, F.; GUEDES, M. C.; BENEDETTI, V. Aplicabilidade de biossólido em plantações florestais: I. reflexo no ciclo dos nutrientes. In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. (Eds) **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente**, 2000. p.163-178.

PORTUGAL, A. F.; JUCKSCH, I.; SCHAEFER, C. E. G. R; WENDLING, B. A. Determinação de estoques totais de carbono e nitrogênio e suas frações em sistemas agrícolas implantados em Argissolo Vermelho-Amarelo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, p.2091-2100, 2008.

QUINTANA, N.R.G.; CARMO, M.S. do.; MELO, W.J.de. Lodo de esgoto como fertilizante: produtividade agrícola e rentabilidade econômica. **Nucleus**, v.8, p.183-191, 2011.

RESENDE, M.; CURI, N., REZENDE, S.B.; CORRÊA, G. F. **Pedologia: Base para distinção de ambientes**. Lavras: UFLA, 2007. 322p.

ROSCOE, R.; MACHADO, P.L.O.A. **Fracionamento físico do solo em estudos da matéria orgânica**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002. 86p.

SARGENTINI JUNIOR, E.; ROCHA, J.C.; ROSA, A.H.; ZARA, L.F.; SANTOS, A. Substâncias húmicas aquáticas: fracionamento molecular e caracterização de rearranjos internos após complexação com íons metálicos. **Química Nova**, v.24, p.339-344, 2001.

SCHNITZER, M. (1982). Organic matter characterization. In: '**Methods of Soil Analysis Part 2, Chemical and Microbiological Properties**'. Agronomy No. 9. 2nd Edn. (Eds A. L. Page, R. H. Miller and D. R. Keeney.) pp. 581-94.

SILVA, J.E. & RESCK, D.V.S. Matéria orgânica do solo. In: VARGAS, M. A. T.; HUNGRIA, M. (Ed.) **Biologia dos solos dos cerrados**. Planaltina: Embrapa-CPAC, 1997. p. 467-524.

SILVA, J.E.; RESCK, D.V.S.; SHARMA, R.D. Alternativa agrônômica para o biossólido produzido no Distrito Federal. I — Efeito na produção de milho e adição de metais pesados em Latossolo no cerrado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.26, p.487-495, 2002.

SILVA, I.R.; MENDONÇA, E.S. Matéria orgânica do solo. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ, V.H.; BARROS, N.F.; FONTES, R.L.F.F.; CANARUTTI, R.B.; NEVES, J.C.L. **Fertilidade do solo**. Viçosa: SBCS, 2007.

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

SISTEMA NACIONAL DE INFORMAÇÃO DE SANEAMENTO – SNIS. **Diagnóstico do Manejo de Resíduos Sólidos Urbanos – 2008**. Ministério das Cidades. Brasília: MCidades, 2010. Disponível em: Acesso em: 30 mar. 2011.

SOARES, E.M.B.; SILVA, C.A.; DIAS, B.O.; BETTIOL, W.; BELIZÁRIO, M.H. Frações da matéria orgânica de Latossolo sob influência de doses de lodo de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.43, p.1231-1240, 2008.

SOUTO, L. S. **Resposta da cultura da mamona à fertilização com lodo de esgoto**. 2007. 75 f. Tese (Doutorado em Agronomia/Agricultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2007.

STEVENSON, F.J.; **Humus Chemistry: genesis, composition, reactions**. John Wiley & Sons, Inc.; New York, 1994.

SWIFT, R.S. Organic matter characterization. In: SPARKS, D.L.; PAGE, A.L.; HELMKE, P.A.; LOEPPERT, R.H.; SOLTANPOUR, P.N.; TABATABAI, M.A.; JOHNSTON, C.T.; SUMNER, M.E. (Eds.) **Methods of soil analysis: chemical methods**. Soil Science Society of America, v.3, p. 1011-1020, 1996.

TISDALL, J.M.; OADES, J.M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of Soil Science**, v.33, p.141–163, 1982.

TSUTIYA, M. T. Características de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos. Cap 4. In: **Biossólidos na Agricultura**, 2001. 468p.

VAZ, L.M.S. & GONÇALVES, J.L.M. Uso de biossólidos em povoamento de *Eucalyptus grandis*: Efeito em atributos químicos do solo, no crescimento e na absorção de nutrientes. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.26, p.747-758, 2002.

WALKLEY, A.; BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, v.37, p.29-38, 1934.

WOLF, B.; SNYDER, G. H. Sustainable soils. The place of organic matter in sustaining soils and their productivity. New York: **Food Products Press**, 2003. 352p.

YANG, H., XU, Z., FAN, M. Progress in carbon dioxide separation and capture: A review. **Journal of Environmental Sciences**, v.20, p.14-27, 2004.

CAPÍTULO II

Alterações quantitativas e qualitativas da matéria orgânica de solos fertilizados com lodo de esgoto em longo prazo

RESUMO

A aplicação de lodo de esgoto no solo pode alterar a dinâmica da matéria orgânica em função da sua composição e processo de mineralização após aplicação. O objetivo deste trabalho foi avaliar os teores totais de carbono (C) e de nitrogênio (N) e aspectos relacionados à humificação da matéria orgânica em Latossolos tratados com lodo de esgoto. As avaliações foram realizadas a partir de amostras de solo (0-0,05; 0,05-0,10; 0,10-0,20 e 0,20-0,40 m) coletadas de duas áreas experimentais, sendo uma após sete aplicações de lodo e a outra após doze aplicações. As doses de lodo variaram entre 7 e 80 t ha⁻¹ ano⁻¹, de forma a fornecer desde a quantidade de N recomendada para a cultura do milho até 8 vezes esse valor. Além das doses de lodo, foi avaliado tratamento com fertilização mineral. As amostras foram analisadas quanto aos teores totais de C e de N, teores de C nas frações húmicas (ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina) e grau de humificação da matéria orgânica do solo por espectroscopia induzida por laser. O lodo de esgoto incrementou os teores de totais de C e N, principalmente até 0,20 m de profundidade, sendo os teores de C no solo com lodo de 7% a 80 % superiores ao encontrado no solo com fertilizante mineral. Os maiores incrementos em C foram encontrados no solo mais argiloso, cujas respostas em termo de N também foram mais evidentes, alcançando o dobro do observado no solo com fertilizante mineral. Tanto os resultados das frações húmicas quanto os resultados da relação C/N e grau de humificação evidenciaram uma matéria orgânica em estágio menos avançado de humificação no solo com lodo.

Palavras-chave: Biossólido, carbono, nitrogênio, grau de humificação, substâncias húmicas.

Quantitative and qualitative changes of organic matter in soils fertilized in long term with sewage sludge

ABSTRACT

The application of sewage sludge on soil can modify the organic matter dynamics depending on its composition and mineralization process after application. The objective of this study was to evaluate the soil total content of carbon (C) and nitrogen (N) and also attributes related to humification of organic matter in an Oxisols amended with sewage sludge. The evaluations were performed in soil samples from four layers (0-0.05; 0.05-0.10; 0.10-0.20 and 0.20-0.40 m) collected in two experimental areas, one after seven sludge applications and the other after twelve applications. The sludge doses ranged between 7 and 80 t ha⁻¹ yr⁻¹, in order to provide from the amount of N recommended for corn up to 8 times that amount. In addition, a treatment with mineral fertilization was evaluated. The samples were analyzed for total content of C and N, C content in the humic fractions (fulvic acids, humic acids and humin) and humification degree of soil organic matter using spectroscopy induced by laser. Sewage sludge increased the total content of C and N, mainly up to 0.20 m deep, and the C content in the soil with sludge was 7% to 80% higher than that found in soil with mineral fertilizer. The greatest increases in C were found in the clayey soil, in which the N content changes were also more evident, reaching value twice that observed in soil containing mineral fertilizer. Both the results of chemical fractionation, as the results of the C/N ratio and the degree of humification presented that soil organic matter in the soil with application of sewage sludge has a lower degree of humification.

Keywords: sewage sludge, carbon, nitrogen, humification degree, humic substances.

1. INTRODUÇÃO

Lodos de esgoto são resíduos semi-sólidos de constituição orgânica (ANDRADE, 1999), com cerca de 30 a 40% de carbono (COLODRO & ESPÍNDOLA, 2006). Os lodos de esgoto são gerados nas estações de tratamento de esgotos (ETE) e na maioria das vezes são de difícil disposição final. Uma das formas de disposição desse resíduo no ambiente é seu uso agrícola como fertilizante e/ou condicionador de solo, uma vez que pode favorecer a fertilidade do solo e incrementar teor de carbono (C) edáfico (DÍAZ-BURGOS & POLO, 1991; ALBIACH et al., 2001).

De modo geral, lodos de esgoto podem afetar a dinâmica da matéria orgânica em função da sua composição e processo de mineralização após aplicação no solo, principalmente quando se trata de aplicações sucessivas, o que, conseqüentemente, deve impactar no estoque de C (BOYLE & PAUL, 1989; MELO et al., 1994; OLIVEIRA et al., 2002; VAZ & GONÇALVES, 2002; SIMONETE et al., 2003). O remanescente de matéria orgânica proveniente do lodo e/ou originado em função de sua aplicação é aspecto chave na alteração do conteúdo de C do solo (YANG et al., 2004).

As alterações e/ou incrementos de matéria orgânica do solo devem também estar relacionadas com as doses de lodo aplicadas e o número de reaplicações realizadas em uma mesma área. BREMM et al. (2012) não verificaram aumentos nos teores de carbono em Latossolo Vermelho distroférico de textura argilosa a muito argilosa após aplicação única de lodo de esgoto. MELO (2002), estudando o efeito do lodo de esgoto em Latossolo Vermelho eutroférico e Latossolo Vermelho distroférico, não verificou incremento significativo da matéria orgânica desses solos após três aplicações anuais do resíduo. No entanto, após cinco aplicações do resíduo foram verificados incrementos de 29 a 59% nos teores de matéria orgânica para doses anuais de 50 t ha⁻¹ (SOUZA et al., 2005).

Alterações qualitativas da matéria orgânica do solo também são importantes, tanto sob o aspecto de interação com a fração mineral e solução do solo, regulando a disponibilidade e as perdas de nutrientes e elementos tóxicos (STEVENSON, 1991; REEVES, 1997; OLIVEIRA & MATIAZZO, 2001), quanto com relação a estabilização e estoques de C (OLIVEIRA et al., 2002; VAZ & GONÇALVES, 2002; SIMONETE et al., 2003).

Tradicionalmente a qualidade da matéria orgânica do solo tem sido estudada por meio de procedimentos de fracionamento químico ou físico, porém com a evolução de técnicas espectroscópicas, outras possibilidades se tornaram possíveis.

Alterações qualitativas da matéria orgânica em solos fertilizados com lodo têm sido associadas ao aumento da concentração de ácidos fúlvicos e húmicos (CANELLAS et al., 2001), o que pode ser evidencia de menor grau de humificação da matéria orgânica (GONZALEZ-PÉREZ et al., 2007) e possivelmente um residual de lodo de esgoto no solo (FERNANDES et al., 2005).

O objetivo deste trabalho foi quantificar os teores de carbono e de nitrogênio em dois Latossolos tratados com lodo de esgoto por mais de sete anos e avaliar aspectos qualitativos da matéria orgânica do solo por meio de fracionamento químico e determinação do grau de humificação.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Esta pesquisa foi realizada a partir de amostras de solo coletadas de duas áreas experimentais com aplicações anuais de lodo de esgoto por mais de sete anos.

Uma das áreas está localizada em Campinas-SP (latitude 22°54' S, longitude 47°3' W e altitude de 600 m), em solo classificado como Latossolo Vermelho eutroférico de textura argilosa (58% de argila) (EMBRAPA, 2006). Nessa área foi utilizado lodo proveniente da estação de tratamento de esgoto (ETE) de Jundiaí-SP, sendo a primeira aplicação realizada no ano de 2001 e as demais anualmente até 2007. As aplicações ocorreram entre novembro e dezembro de cada ano, em área total e com posterior incorporação na camada de 0-0,20 m.

As parcelas experimentais com 100 m² (4 m x 25 m) receberam os tratamentos dispostos em delineamento inteiramente ao acaso, com quatro repetições. Os tratamentos avaliados foram adubação mineral (AM) e duas doses de lodo (1N e 2N).

As doses de lodo foram definidas em função de quantidades entre 80 e 120 kg ha⁻¹ de N recomendada para a cultura do milho em função da expectativa de produtividade (RAIJ et al., 1996), do teor total de N no lodo de esgoto e da taxa de mineralização do nitrogênio (TMN) de 30% (CETESB, 1999; CONAMA, 2006). A dose 1N foi calculada

para fornecer a mesma quantidade de N da AM enquanto a dose 2N, o dobro dessa quantidade.

A outra área está localizada em Jaguariúna-SP (latitude 22°41' S, longitude 47° W e altitude de 570 m), em solo classificado como Latossolo Vermelho distroférrico, textura argilosa (45% de argila) (EMPRAPA, 2006). Nessa área foi utilizado lodo proveniente da ETE de Franca, SP, sendo as duas primeiras aplicações realizadas no ano de 1999 (cultivo de safrinha e safra) e as demais anualmente até 2009. De forma semelhante ao anteriormente descrito, as aplicações de lodo foram em área total e com incorporação na camada de 0-0,20 m.

O delineamento experimental foi em blocos ao acaso, com três repetições e parcelas com 200 m² (10 m x 20 m).

Nessa área os tratamentos foram constituídos por doses de lodo de esgoto correspondentes a 0N (controle), 1N, 2N, 4N e 8N (dose recomendada, 2, 4 e 8 vezes a dose recomendada, respectivamente). Além das doses de lodo, foi instalado tratamento com adubação mineral (AM) em dose recomendada para fornecer a mesma quantidade de N do tratamento 1N.

Nas duas áreas avaliadas houve cultivo de milho, inclusive nos anos após encerramento das aplicações do lodo de esgoto. Também em ambas as áreas foram realizadas adubação com fósforo e potássio no tratamento AM e adubação somente com potássio nos tratamentos com lodo, uma vez que lodos de esgotos não são fontes eficientes de potássio.

Outras informações sobre a implantação e condução dos experimentos podem ser encontradas em BUENO et al. (2011), BETTIOL & GHINI (2011).

A amostragem dos solos foi feita em novembro/dezembro de 2011 nas camadas 0-0,5; 0,5-0,10; 0,10-0,20 e 0,20-0,40 m. Foram coletadas 10 amostras simples para compor uma amostra composta. As amostras foram secas ao ar e passadas em peneira de 2 mm de abertura de malha.

Nessas amostras foram determinados os teores totais de C e de N, valores de fluorescência induzida por laser (FIL) e C em frações húmicas.

Os teores de C e N foram determinados por meio de análise elementar em equipamento LECO-CN, utilizando-se amostras previamente moídas e passadas em peneiras de 0,150 mm de abertura de malha (100 mesh).

A fluorescência induzida a laser foi realizada nas mesmas amostras utilizadas para determinação de carbono e nitrogênio. O procedimento utilizado foi o descrito em MILORI et al. (2002), em que foram pesados aproximadamente 0,5 g de cada amostra e prensadas em forma de aço por cerca de 2 minutos. Foram feitas duas pastilhas por amostra com dimensões em torno de 1 cm de diâmetro e 2 mm de espessura.

A excitação da fluorescência foi feita por laser de argônio (Coherent – modelo 90 C) e foram obtidos dois espectros em cada face das pastilhas, totalizando oito espectros por amostra. O valor médio dos espectros foi utilizado para calcular o grau de humificação (H_{FIL}), dado pela razão entre o valor médio do espectro de emissão da fluorescência e o valor do carbono orgânico total obtido nas amostras de solo (MILORI et al., 2006).

As frações húmicas da matéria orgânica (ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina) foram obtidas de acordo com a técnica de solubilidade diferencial em meio ácido ou alcalino estabelecida pela Sociedade Internacional de Substâncias Húmicas (SWIFT, 1996), com adaptação feita por BENITES et al. (2003).

A determinação do C nas frações ácidos fúlvicos e ácidos húmicos foi realizada a partir de alíquotas de 5,0 ml do extrato, em procedimento de oxidação com 1,0 ml de $K_2Cr_2O_7$ 0,042 mol L⁻¹ e 5,0 ml de H_2SO_4 concentrado, com aquecimento em bloco digestor a 150 °C por 30 minutos e posterior titulação com sulfato ferroso amoniacal 0,0125 mol L⁻¹, utilizando-se o indicador ferroin.

O teor de C na fração humina foi determinado por meio de procedimento semelhante ao descrito para os ácidos fúlvicos e húmicos, porém com o uso de 5g de amostra, 5,0 ml de $K_2Cr_2O_7$ 0,1667 mol L⁻¹, 10,0 ml de H_2SO_4 concentrado e sulfato ferroso amoniacal 0,25 mol L⁻¹.

Os dados foram analisados por meio de análise de variância e teste de Tukey 5% para comparação das médias do experimento de Campinas e regressão para as doses de lodo de esgoto para a área experimental de Jaguariúna.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Teores totais de carbono e de nitrogênio

Os teores de C e N foram incrementados com a aplicação de lodo, comparativamente ao tratamento AM (Figuras 1 A e B). No experimento de Campinas, tais diferenças ocorreram principalmente nas camadas até 0,20 m de profundidade, entretanto as respostas para N (Figura 1B) foram menos expressivas do que para C (Figura 1 A). Nesse sentido é importante ressaltar que a dose 1N não diferiu para o teor de N do tratamento AM, ambos calculados para fornecer a mesma quantidade de nitrogênio para a cultura do milho.

Na área de Jaguariúna, as doses de lodo de esgoto incrementaram linearmente os teores de C e N (Figuras 2 A e B). Nesta área, não houve diferenças entre o tratamento AM e dose 1N para os teores de C e de N. Os valores obtidos para o tratamento com AM variaram de 13,8 a 15,2 g kg⁻¹ para C e de 0,7 a 0,9 g kg⁻¹ para N. As doses de lodo aplicadas proporcionaram incrementos em relação à dose 0N (controle) que variaram de 0,68 a 8,3 g kg⁻¹ para os teores de C (Figura 2 A) e de 0,08 a 0,98 g kg⁻¹ para os teores de N (Figura 2 B).

O incremento de C e de N no solo até 0,20 m de profundidade nas áreas avaliadas se deve provavelmente à disponibilidade de substrato e a maior atividade microbiana favorecida pela aplicação de lodo de esgoto incorporado em superfície.

Considerando-se os incrementos de C nas duas áreas, observa-se que os teores no experimento de Campinas (Figura 1) são mais elevados que os obtidos na área de Jaguariúna (Figura 2 A). Tal incremento na área de Campinas podem ser atribuídos ao seu maior teor de argila, uma vez que solos com maiores teores dessa fração possibilitaram a interação entre a matéria orgânica e os minerais de argila, favorecendo a maior estabilidade do carbono orgânico (ZECH et al., 1997).

Em estudos com Latossolo Amarelo distrófico e Argissolo Amarelo distrófico sob diferentes coberturas vegetais, FONTANA et al. (2001) observaram maiores teores de C em Latossolo Amarelo, atribuindo este resultado ao maior teor de argila presente no solo.

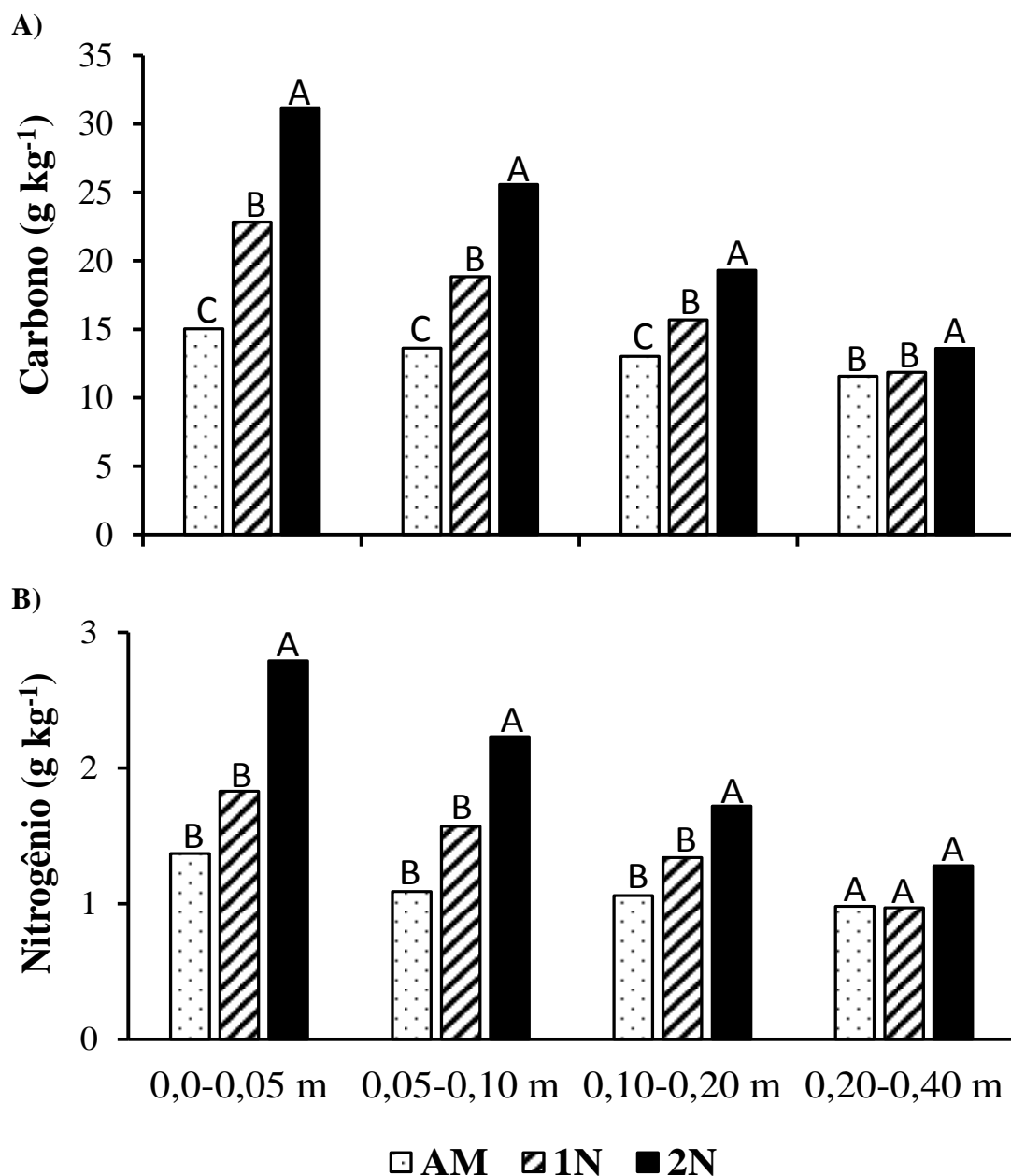


Figura 1. Teores totais de carbono (A) e de nitrogênio (B) no solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico, Campinas – SP.

A manutenção ou incremento matéria orgânica em função da aplicação de lodo de esgoto já foram verificados em diversos trabalhos (OLIVEIRA et al., 2002; ROCHA et al., 2005; DIAS et al., 2007; SOARES et al., 2008). FERNANDES et al. (2005), em estudo realizado no mesmo experimento da área de Jaguariúna, observaram através da técnica isotópica com abundância natural de ¹³C, que parte do incremento em carbono foi resultante das aplicações do lodo de esgoto ao solo e não efeito indireto da produção de biomassa.

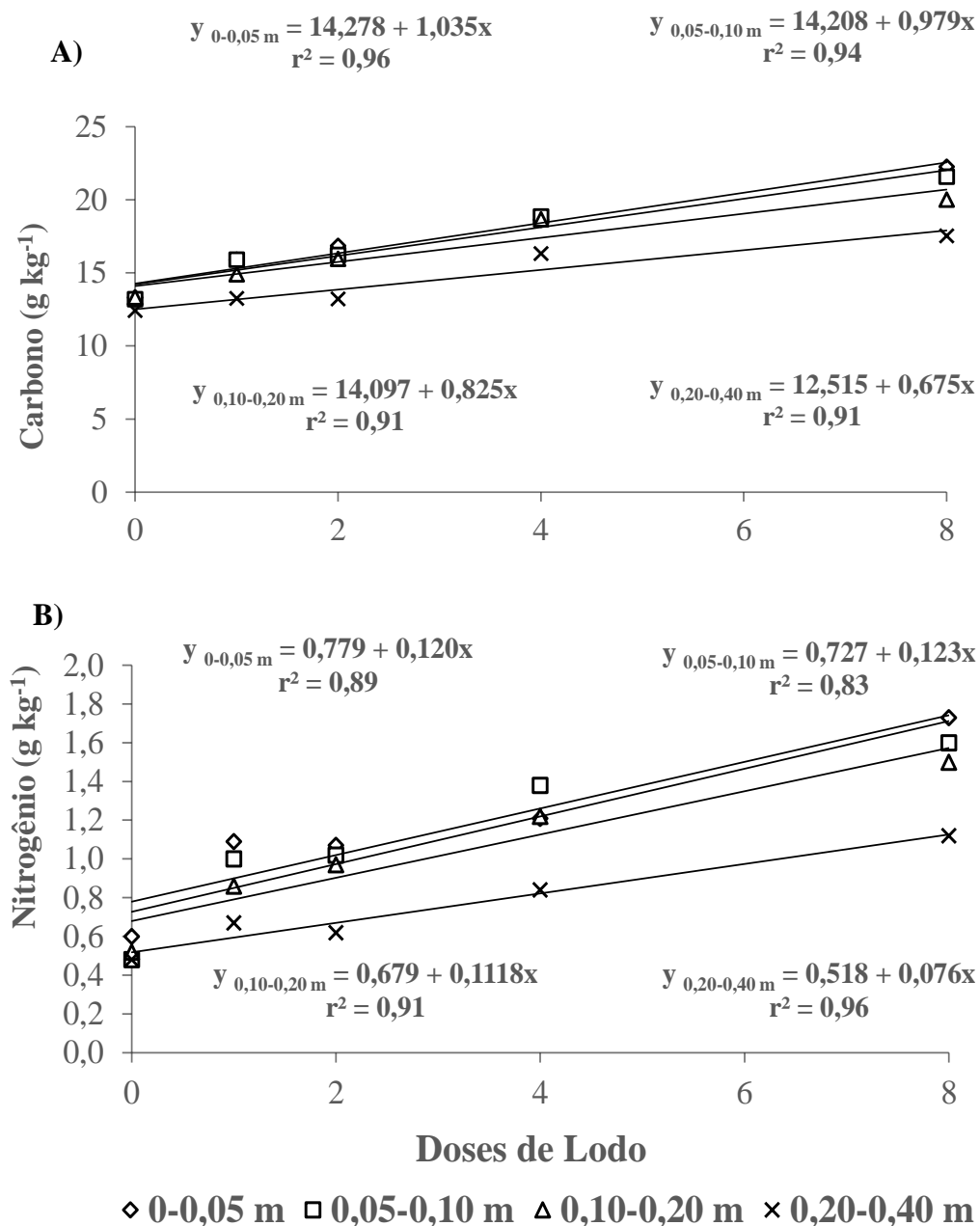


Figura 2. Teores totais de carbono (A) e de nitrogênio (B) no solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP.

No entanto, VAZ & GONÇALVES (2002) verificaram que aplicação de 10, 20 e 40 t ha⁻¹ de lodo de esgoto apresentaram menores teores de C em relação aos teores iniciais observados, o que foi relacionado à baixa relação C/N (4,3) e à boa disponibilidade de nutrientes do lodo de esgoto utilizado. Ressalta-se que esses autores observaram tal efeito após seis meses de apenas uma única aplicação do resíduo ao solo. BREMM et al. (2012) também verificaram diminuição dos teores de C após aplicação de lodo de esgoto ao solo

quando comparados aos teores iniciais obtidos, o que provavelmente foi devido à quantidade do resíduo aplicada, uma vez que a maior dose não ultrapassou 15 t ha⁻¹.

Utilizando efluente de esgoto tratado em irrigação SANTOS et al. (2009), observaram redução do teor de C no solo e relacionaram essa diminuição ao aumento da decomposição da matéria orgânica do solo em função do aumento da umidade (via irrigação).

A quantidade utilizada e o número de reaplicações do lodo de esgoto regulam os teores de C do solo. No entanto, não são a única e exclusiva razão, uma vez que outros fatores relevantes podem se destacar nesse cenário, como a qualidade da matéria orgânica proveniente dos lodos, o regime climático, o tipo de solo e suas características.

Para as condições deste estudo, o maior incremento da matéria orgânica se deu provavelmente pelo número de reaplicações do resíduo ao solo e também das características próprias do solo, uma vez que o maior ganho ocorreu no experimento com solo mais argiloso.

3.2 Relação C/N e grau de humificação (H_{FIL})

A relação C/N no experimento de Campinas não apresentou diferença entre os tratamentos avaliados e manteve-se em torno de 11 a 13 (Figura 3). É importante ressaltar que a relação C/N neste experimento tende a se aproximar da relação da biomassa microbiana do solo (entre 10 e 12), implicando que a matéria orgânica apresenta-se mais estável no solo.

Na área experimental de Jaguariúna, em função da aplicação de lodo, os valores da relação C/N diminuíram linearmente com o aumento da dose (Figura 4). No solo sem lodo, a relação C/N foi em média 26; enquanto na maior dose de lodo (8N) essa relação atingiu valor médio de 14. Pelas equações de regressão linear (Figura 4), os decréscimos foram de aproximadamente 0,9; 1,6 e 1,2 unidades a cada dose de lodo de esgoto aplicada para as camadas 0-0,05; 0,05-0,10; 0,10-0,20 e 0,20-0,40 m, respectivamente.

Tal redução na relação C/N podem estar relacionadas ao acúmulo de N no solo fertilizado com lodo de esgoto, concomitantemente à liberação de parte do CO₂ pela degradação do C desse resíduo (MOREIRA & SIQUEIRA, 2006), e também, à baixa relação C/N do lodo (8,0) incorporado ao solo.

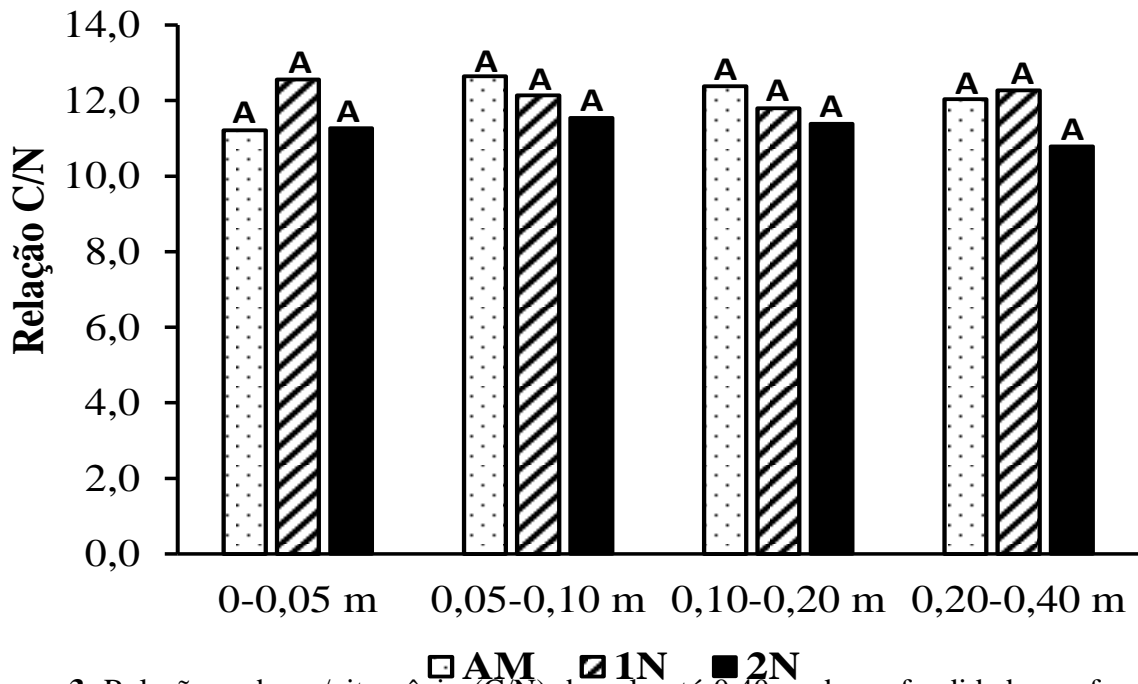
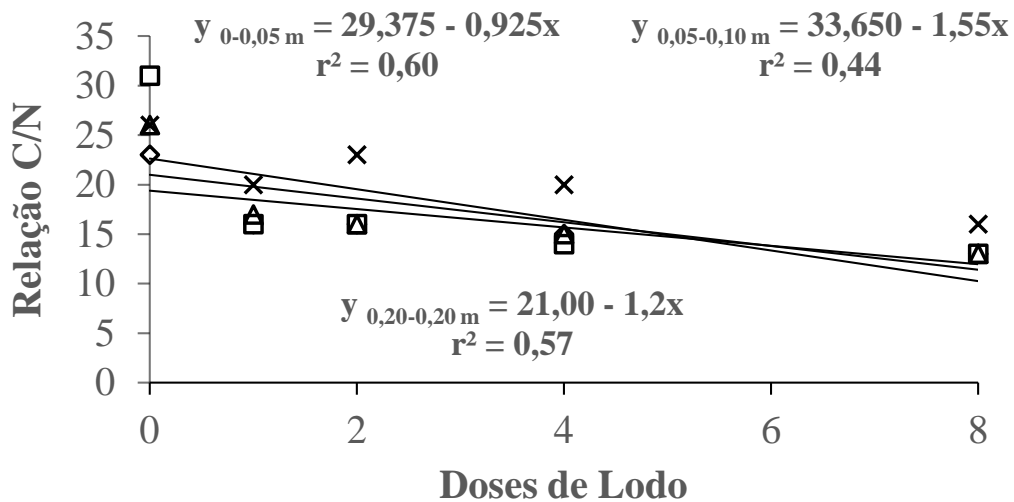


Figura 3. Relação carbono/nitrogênio (C/N) do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico, Campinas – SP.



◇ 0-0,05 m □ 0,05-0,10 m △ 0,10-0,20 m × 0,20-0,40 m

Figura 4. Relação carbono/nitrogênio (C/N) do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP.

Em estudos sobre o efeito da aplicação do lodo de esgoto em ácidos húmicos pela técnica de ressonância paramagnética eletrônica no mesmo experimento da área de

Jaguariúna, GONZALEZ-PÉREZ et al. (2006) observaram resultados semelhantes, em que a relação C/N reduziu com a maior dose de lodo de esgoto (8N) após dois anos da aplicação do resíduo ao solo. Estes autores associaram essa diminuição às condições climáticas, características inerentes do solo e à origem e tipo de tratamento do resíduo orgânico aplicado.

Em relação ao grau de humificação da matéria orgânica (H_{FIL}), observa-se que no experimento de Campinas (Figura 5), os maiores valores de H_{FIL} foram verificados para o tratamento com adubo mineral (AM) e os mais baixos para o tratamento com a aplicação da maior dose de lodo de esgoto (2N). Esse efeito foi observado até 0,20 m, uma vez que na camada de 0,20-0,40 m, o grau de humificação não sofreu alteração significativa em função da aplicação de lodo ou do adubo mineral, apesar da maior dose continuar a apresentar valor numérico mais baixo.

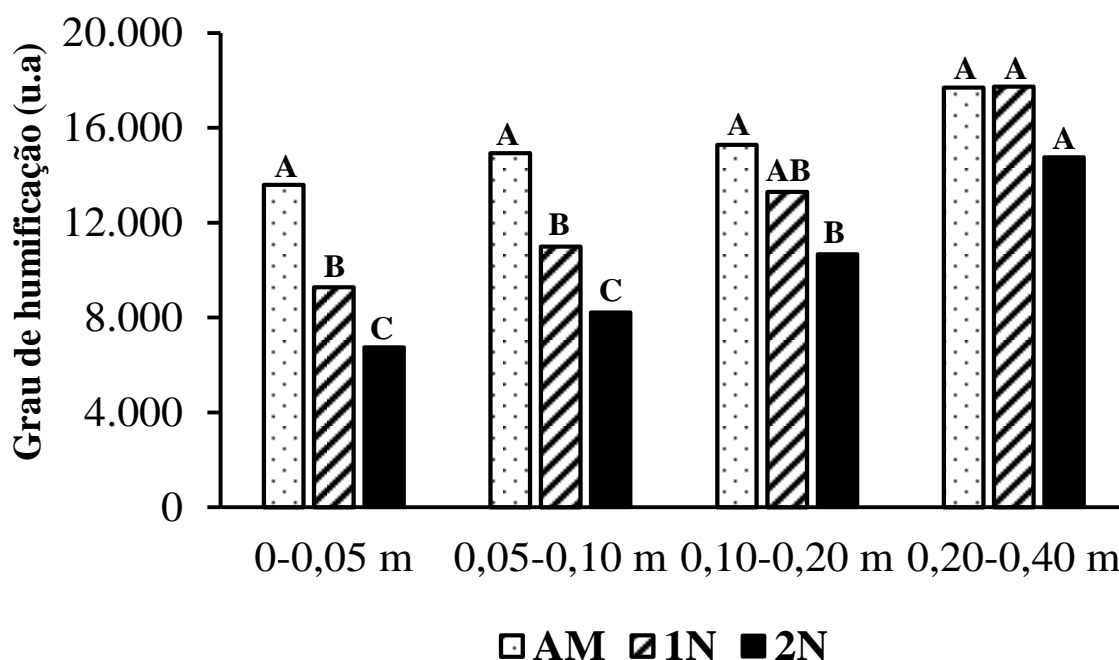


Figura 5. Grau de humificação da matéria orgânica do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutrófico, Campinas – SP. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade ($n = 4$).

No experimento de Jaguariúna, os maiores valores para H_{FIL} foram obtidos no tratamento sem lodo e sem adubo mineral (0N) e os menores no tratamento com a maior dose de lodo (8N). As aplicações de doses crescentes de lodo de esgoto ao solo promoveram redução do grau de humificação do solo, independentemente da profundidade avaliada (Figura 6). O tratamento com adubo mineral foi semelhante ao tratamento com a dose 1N de

lado, com valores iguais 23.616; 23.323; 21.825 e 25.544 para as camadas 0-0,05; 0,05-0,10; 0,10-0,20 e 0,2-0,40 m, respectivamente.

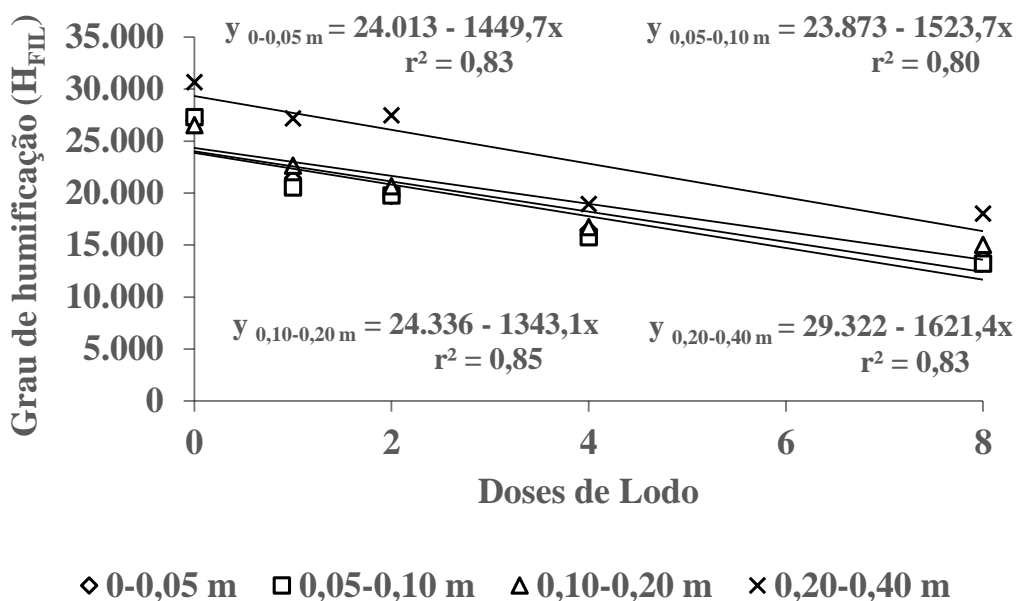


Figura 6. Grau de humificação da matéria orgânica do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP.

Para as duas áreas avaliadas, verifica-se que o H_{FIL} foi maior na profundidade 0,20-0,40 m, indicando que a humificação da matéria orgânica aumenta à medida que se afasta da superfície do solo. Esse efeito reporta ao fato de que há menor quantidade de material orgânico mais fresco acumulado em subsuperfície, uma vez que o lodo de esgoto foi aplicado na camada de 0-0,20 m.

Trabalhos na literatura reportam aumento do grau de humificação da matéria orgânica em função do aumento da profundidade do solo. GONZALEZ-PÉREZ et al. (2007) observaram por meio da técnica de fluorescência induzida por laser (FIL), que o grau de humificação da matéria orgânica aumentou ao longo do perfil de Latossolos sob diferentes sistemas de manejo. Estes autores relacionaram esse aumento na humificação da matéria orgânica ao menor acúmulo de resíduos vegetais nas camadas mais profundas, uma vez que os restos vegetais tendem a se acumular mais na superfície dos solos. SANTOS et al. (2009) também por meio da técnica FIL, verificaram resultados semelhantes ao caracterizar Argissolo Vermelho irrigado com efluente de esgoto tratado.

Ao observar o grau de humificação para as duas áreas, os valores de H_{FIL} em Campinas são bem mais baixos que os valores obtidos para área de Jaguariúna (Figuras 5 e 6). O tratamento com AM e dose 1N em Jaguariúna possuem valores mais elevados em relação aos valores obtidos para mesmos tratamentos em Campinas. Enquanto para Campinas os valores de H_{FIL} variaram de 13.588 a 17.698 e de 9.279 a 17.730 (Figura 5), em Jaguariúna, tais valores variam de 21.825 a 25.544 e de 20.516 a 27.189 (Figura 6) para os tratamentos AM e 1N, respectivamente. Os menores valores de H_{FIL} observados na área experimental de Campinas, principalmente nas camadas mais superficiais, em relação aos obtidos para o experimento de Jaguariúna, podem estar relacionados com quantidade de massa de parte aérea e raízes do milho cultivado nessas áreas, uma vez que a produção foi maior no experimento de Campinas (dados não apresentados). Os restos vegetais que se acumulam mais superficialmente no solo, resultam em material orgânico mais fresco e com menor quantidade de radicais de cadeias aromáticas, caracterizando matéria orgânica menos humificada (GONZALEZ-PÉREZ et al., 2007).

3.3 Teores e contribuição de carbono das frações húmicas na matéria orgânica do solo

As aplicações das doses crescentes de lodo de esgoto promoveram modificações nos teores de C associados às frações humificadas (ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina) da matéria orgânica do solo nas duas áreas avaliadas (Figuras 7 e 8).

No experimento de Campinas, a aplicação de lodo influenciou principalmente os teores de C nas frações ácidos húmicos e humina (Figura 7). Para essas frações, a dose 2N apresentou os maiores teores de C, seguida da dose 1N até 0,20 m de profundidade. Na camada 0,20-0,40 m, apenas os teores de C da fração humina foram influenciados pelos tratamentos aplicados, em que a dose 2N apresentou o maior valor (9,7 g kg⁻¹).

Para os teores de C da fração ácidos fúlvicos não houve diferença entre os tratamentos nas quatro profundidades avaliadas, nas quais os teores de C variaram de 1,2 a 4,2 g kg⁻¹. Observa-se ainda, que os menores teores de C nas frações húmicas foram obtidos no tratamento AM, independente da profundidade.

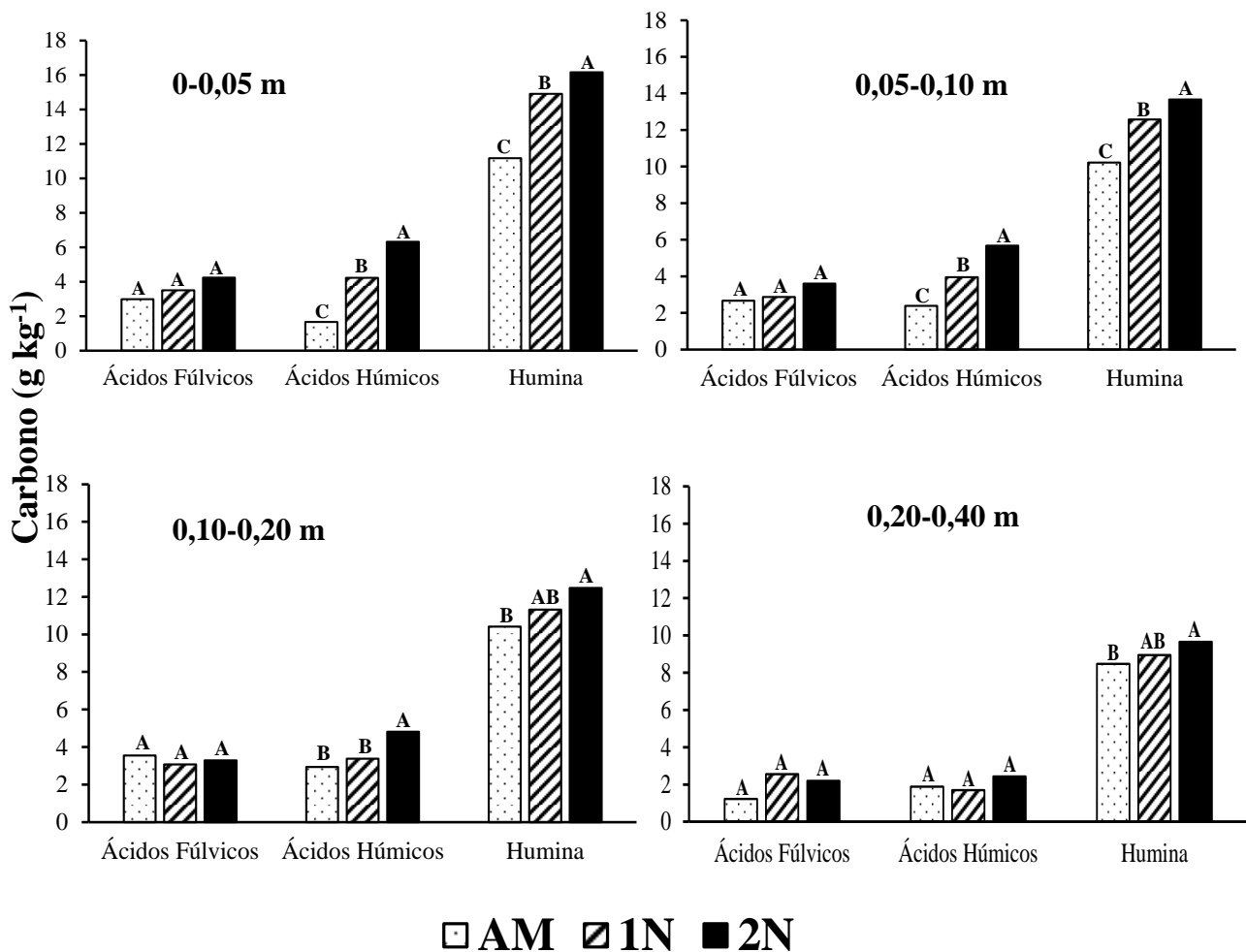


Figura 7. Teor de Carbono das frações húmicas da matéria orgânica do solo (ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina) até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférrico, Campinas – SP. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). 1N (dose de lodo de esgoto recomendada, considerando a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho).

Para o experimento localizado em Jaguariúna, houve efeito das doses de lodo esgoto no teor de C das frações húmicas (Figura 8). Verifica-se que os teores de C da fração ácidos fúlvicos não foram influenciados pela adição de doses crescentes de lodo de esgoto em todas as camadas avaliadas.

Na camada 0-0,05 m, as doses de lodo de esgoto influenciaram apenas os teores de C da fração ácidos húmicos, em que se observam maiores teores de C com o acréscimo das doses de lodo, ou seja, os teores nessa fração aumentam linearmente com o aumento da dose aplicada (Figura 8). De acordo com a equação de regressão linear ajustada, o teor médio estimado de C para a fração ácidos húmicos foi de 2,17 g kg⁻¹ no tratamento controle (0N),

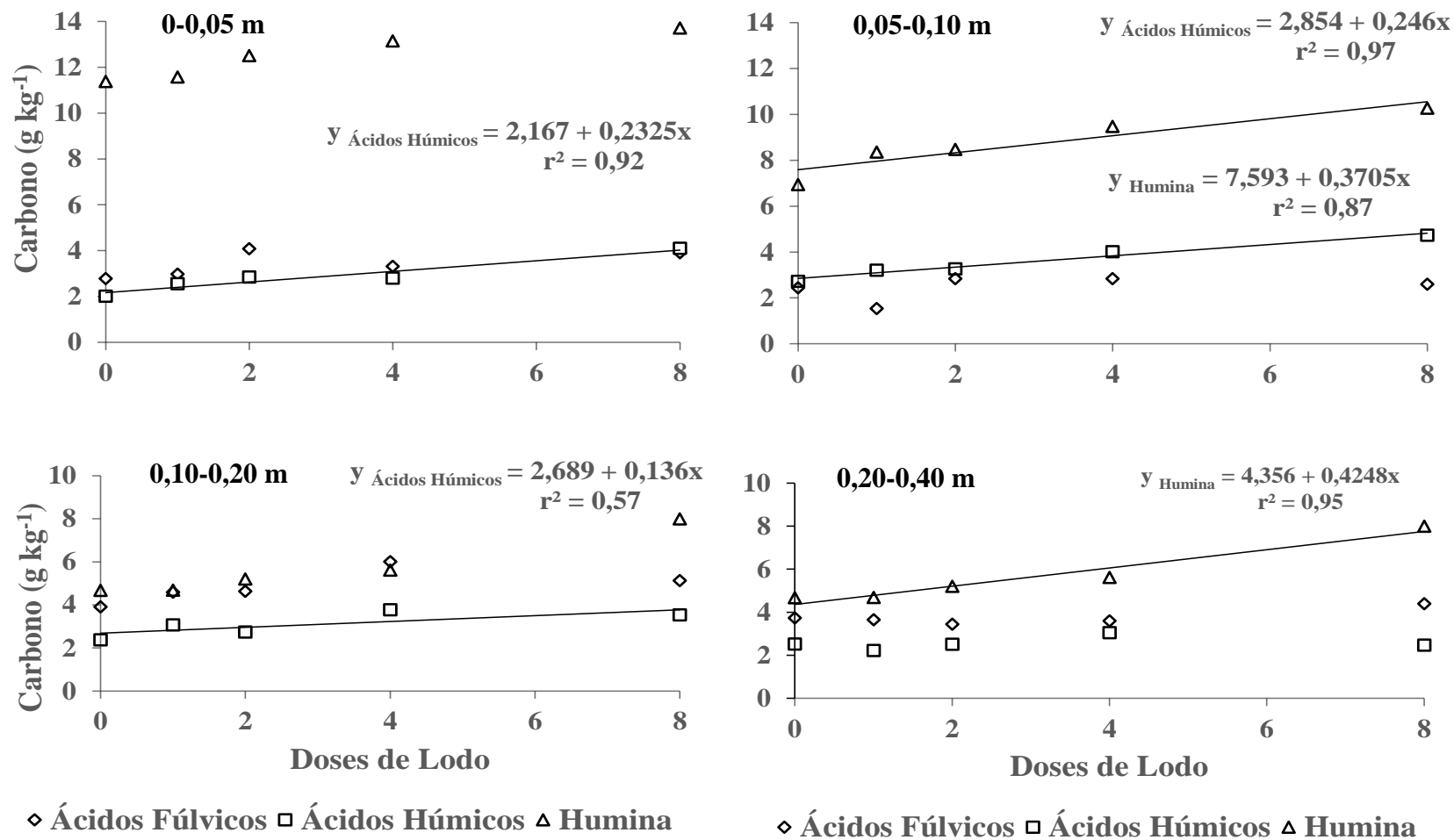


Figura 8. Teor de Carbono das frações húmicas da matéria orgânica do solo (ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina) até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de doses de lodo de esgoto (0,1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP. 1N (dose de lodo de esgoto recomendada, considerando a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho).

entretanto, com o aumento das doses de lodo de esgoto, há incremento do teor de C, que pode chegar a uma média de 4,03 g kg⁻¹ no tratamento com a maior dose de lodo (8N), o que significa incrementos de até 86% nos teores de C associados à fração ácidos húmicos.

Na camada 0,05-0,10 m, os teores de C das frações ácidos húmicos e humina, foram influenciados pela aplicação das doses de lodo, em que houve incremento dos teores de C dessas frações com o aumento da dose aplicada (Figura 8). Em comparação com o tratamento sem aplicação de lodo (0N), os aumentos nos teores de C da fração ácidos húmicos corresponderam a aproximadamente 0,25; 0,49; 0,98; e 1,97 g kg⁻¹, respectivamente, para os tratamentos com doses 1, 2, 4 e 8N de lodo de esgoto. Para a fração humina, o aumento nos teores de C foi de aproximadamente 0,37; 0,74; 1,48 e 2,96 g kg⁻¹ para as doses 1, 2, 4 e 8N, respectivamente. O aumento proporcionado pela maior dose aplicada aos teores de C associados às frações ácidos húmicos e humina em relação à dose 1N foi de aproximadamente 67 e 39%, respectivamente.

Na camada 0,10-0,20 m, só houve efeito de doses nos teores de C da fração ácidos húmicos, em que o incremento de C ajustou-se linearmente com o acréscimo da dose aplicada, com incremento dos teores de C nessa fração da ordem de 40% para a dose 8N quando comparado à dose 1N. Para a camada mais profunda (0,20-0,40 m), apenas os teores de C da fração humina foram influenciados, aumentando linearmente com aplicação das doses crescentes de lodo de esgoto ao solo. Os incrementos proporcionados pela aplicação de lodo nos teores de C da fração humina variaram de 0,4 a 3,4 g kg⁻¹ em relação ao solo sem aplicação resíduo.

De maneira geral, observou-se que ocorreu aumento das frações mais estáveis da matéria orgânica do solo em função da aplicação de lodo de esgoto e que a distribuição crescente de C nestas, segue das frações ácidos fúlvicos para as frações mais estáveis (ácidos húmicos e humina).

Esse comportamento permite inferir que nas condições deste experimento, o uso de lodo de esgoto no solo favorece o incremento dos teores de carbono das frações mais humificadas da matéria orgânica. Deve-se destacar que este efeito pode ser alterado em outras condições, considerando-se mudanças na qualidade, quantidade e número de reaplicações do resíduo.

Em estudos das frações da matéria orgânica em Latossolo Vermelho distroférico sob pastagem e plantio direto (com diferentes tempo de implantação) GUARESCHI et al. (2013), observaram padrão semelhante ao deste estudo, em que o sistema de plantio direto

apresentou teores de C na ordem crescente: ácidos fúlvicos < ácidos húmicos < humina. Estes autores atribuíram tal resultado ao não revolvimento do solo, ao constante aporte de resíduos vegetais na superfície do solo com diferente relação C/N no sistema plantio direto em função do tempo de adoção. Entretanto, CANELLAS et al. (2001) observaram que a adição de resíduos urbanos ao solo promoveram alterações na distribuição das frações humificadas da matéria orgânica, aumentando principalmente os teores de C da fração ácidos fúlvicos.

Considerando a participação das frações húmicas no total de carbono orgânico no experimento de Campinas (Figura 9), a humina foi a fração que se destacou com a maior parte do carbono orgânico total do solo, destacando-se o tratamento com adubo mineral (AM) e a dose 2N, que apresentaram os maiores e os menores percentuais de C nessa fração até 40 cm de profundidade (Figura 9). Nas demais frações (ácidos húmicos e fúlvicos), as porcentagens de carbono, em geral, foram semelhantes para todos os tratamentos.

Para o experimento de Jaguariúna, não houve influência dos tratamentos avaliados nas porcentagens de C das frações húmicas nas quatro profundidades avaliadas (Tabela 1). No entanto, a humina continuou apresentando as maiores porcentagens de carbono em relação ao total de carbono orgânico no solo, com valores variando de 38 a 73%. Para o tratamento com adubo mineral, as porcentagens de C na fração humina foram semelhantes às doses de lodo, variando de 31 a 75%. Para a fração ácidos fúlvicos as porcentagens de C variaram entre 10 e 26%, já os ácidos húmicos, de 18 a 23% em relação ao carbono orgânico total do solo.

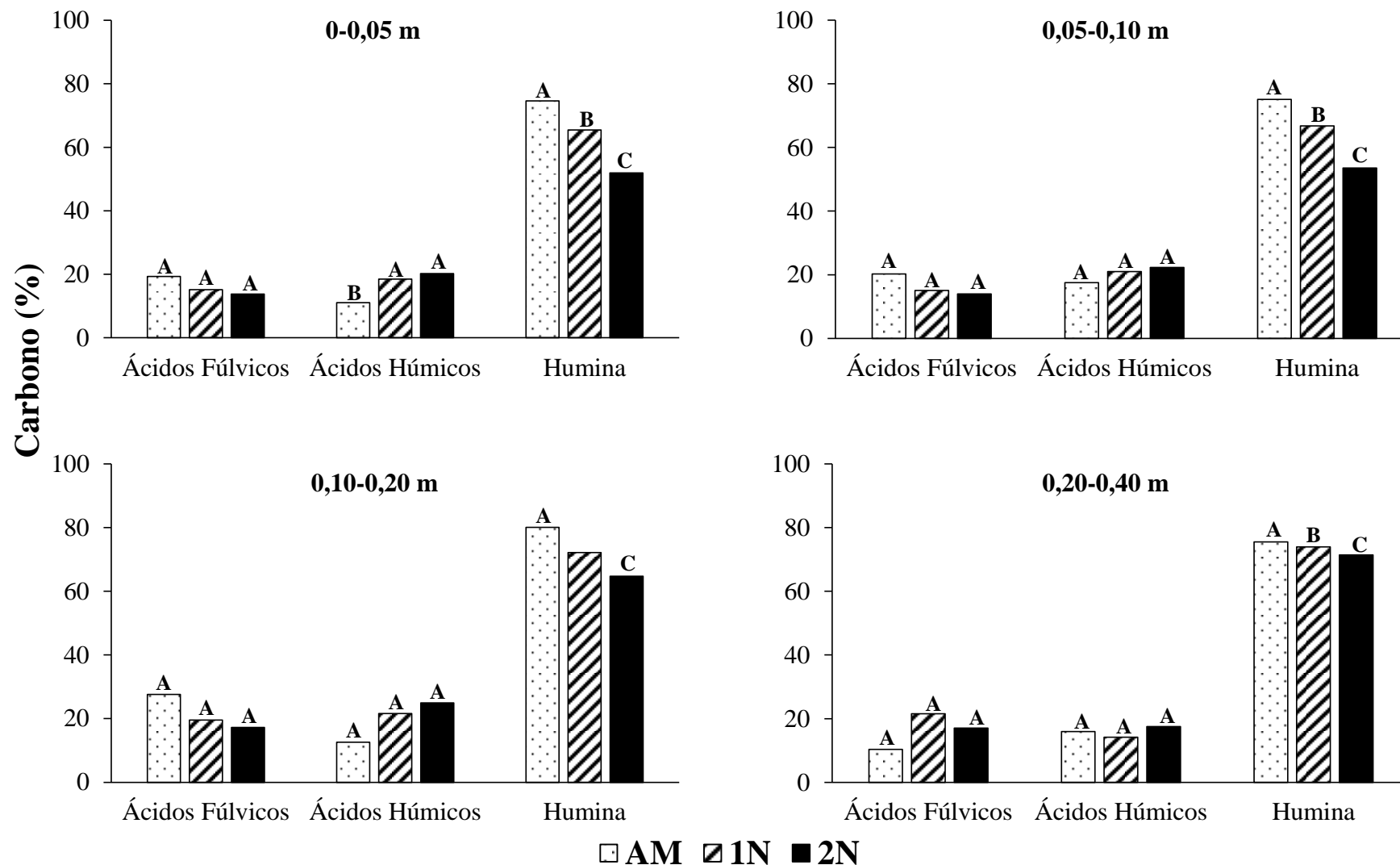


Figura 9. Porcentagem de carbono das frações ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina no total de carbono orgânico do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico, Campinas – SP. Médias seguidas de letra iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Tabela 1. Porcentagem de carbono das frações ácidos fúlvicos, ácidos húmicos e humina no total de carbono orgânico do solo até 0,40 m de profundidade em função da aplicação de lodo de esgoto em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP.

Profundidade (cm)	Frações húmicas		
	Ácidos fúlvicos	Ácidos húmicos	Humina
	----- % -----		
0-0,05	19,97 ⁽¹⁾	16,28	72,89
0,05-0,10	20,81	14,64	51,11
0,10-0,20	18,90	29,83	38,12
0,20-0,40	18,12	26,66	40,33

⁽¹⁾ Média geral das doses de lodo de esgoto aplicadas.

Diversos trabalhos verificaram o predomínio do carbono da fração humina em relação às outras frações húmicas (FONTANA et al., 2005; 2010; ASSIS et al., 2006; LOSS et al., 2010; ROSSI et al., 2012; GUARESCHI et al., 2013), o que sugere a existência de matéria orgânica possivelmente mais humificada no solo.

O acúmulo dos teores de carbono da fração humina possivelmente estão relacionados ao tamanho e ao maior grau de estabilidade dessa fração (FONTANA et al., 2006; GUARESCHI et al., 2013), além da forte interação da humina com a fração mineral do solo e sua maior resistência à decomposição (STEVENSON, 1982). Em contrapartida, os menores teores de C observados nas frações ácidos fúlvicos e ácidos húmicos, provavelmente se devem ao fato dessas frações apresentarem menor estabilidade, o que pode resultar na movimentação para camadas mais profundas, polimerização ou mineralização das mesmas, diminuindo seus efeitos residuais no solo (FONTANA et al., 2006).

Neste estudo, as variações nos teores totais de carbono no solo e nas frações humificadas mais condensadas da matéria orgânica nas áreas com aplicação de lodo de esgoto por longo tempo corresponderam à diminuição do grau humificação da matéria orgânica, sugerindo mudanças significativas no processo de estabilização e na qualidade da matéria orgânica do solo.

4. CONCLUSÕES

1. As doses de lodo de esgoto incrementaram os teores de carbono e de nitrogênio no solo, mesmo após interrupção das aplicações por mais de dois anos.
2. As doses de lodo de esgoto aplicadas ao solo aumentaram o conteúdo de matéria orgânica do solo, no entanto, esta não se encontra em estágio avançado de decomposição, apresentando baixo grau de humificação.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBIACH, R.; CONET, R.; POMARES, F.; INGELMO, F. Organic matter componets, aggregate stability and biological activity in a horticultural soil fertilized with different rates of two sewage sludges during tem years. **Bioresouce Technology**, v.77, n.2, p.109-114, 2001.

ANDRADE, C.A. **Fração orgânica de biossólidos e efeito no estoque de carbono e qualidade da matéria orgânica de um Latossolo cultivado com eucalipto**. 2004. 121 p. Tese (Doutorado na área de concentração em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004.

ASSIS, C.P.DE.; JUCKSCH, I.; MENDONÇA, E.S.; NEVES, J.C.L. Carbono e nitrogênio em agregados de Latossolo submetido a diferentes sistemas de uso e manejo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.41, p.1541-1550, 2006.

AVALHÃES, C.C. **Avaliação da matéria orgânica de solos tratados com lodo de esgoto: uso de ferramentas quantitativas e espectroscópicas**. 2014. 94 p. Tese (Doutorado na área de concentração em Química na Agricultura e no Ambiente) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2014.

BENITES, V.M.; MÁDARI, B.; MACHADO, P.L.O.A. **Extração e fracionamento quantitativo de substâncias húmicas do solo: um procedimento simplificado e de baixo custo**. Rio de Janeiro, Embrapa, 2003. 7p. (Comunicado Técnico, 16).

BETTIOL, W.; GHINI, R. Impacts of sewage sludge in topical soil: A case study in Brazil. **Applied and Environmental Soil Science**, v.2011, p.1-11, 2011.

BOYLE, M.; PAUL, E.A. Carbon and nitrogen mineralization kinectcs in soil previously amended with sewage sludge. **Soil Science Society of America Journal**, v.53, p.99-103, 1989.

BREMM, R.R.R; DAMASCENO, S.G.; SECCO, D.; VILAS BOAS, M.A.; TORRES, D.G.B.; MEES, J.B.R.; KUMMER, L. Potencial de uso de lodo de esgoto na cultura do milho em Latossolo argiloso no Oeste do Paraná. **Revista Brasileira de Ciências Ambientais**, nº 23, 2012.

BUENO, J.R.P; BERTON, R.S; SILVEIRA, A.P.D; MARCIO KOITI CHIBA, M.K.; ANDRADE, C.A. DE.; DE MARIA, I.C. Chemical and microbiological attributes of na oxisol treated with successive applications of sewage sludge. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, p. 1461-1470, 2011.

CANELLAS, L. P.; SANTOS, G. A.; RUMJANEK, V. M.; MORAES, A. A.; GURIDI, F. Distribuição da matéria orgânica e características de ácidos húmicos em solos com a adição de resíduos de origem urbana. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 36, p. 1529–1538, 2001.

COLODRO, G.; ESPÍNDOLA, C.R. Alterações na fertilidade de um Latossolo degradado em resposta à aplicação de lodo de esgoto. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.28, p.1-5, 2006.

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL - CETESB. **Aplicação de biossólido em áreas agrícolas: critérios para projeto e operação** (Manual Técnico). São Paulo, 1999. 35p.

CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente). Resolução 375/2006. Brasília, 2006. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=506>> Acesso em 13 de março de 2010.

DE MARIA, I.C.; KOCSSIS, M.A.; DECHEN, S.C.F. Agregação do solo em área que recebeu lodo de esgoto. **Bragantia**, v.66, p.291-298, 2007.

DIAS, B.O.; SILVA, C.A.; SOARES, E.M. B.; BETTIOL, W. Estoque de carbono e quantificação de substâncias húmicas em Latossolo submetido a aplicação contínua de lodo de esgoto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 31, p. 701-711, 2007.

DÍAZ-BURGOS, M.A.; POLO, A. Variaciones de la fracción orgánica durante el compostaje de lodos de depuradoras. **Suelo y Planta**, v.1, p.453-466, 1991.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 2.ed. Rio de Janeiro, 2006. 306p.

FERNANDES, S.A.P.; BETTIOL, W.; CERRI, C.C.; CAMARGO, P. Sewage sludge effects on gas fluxes at the soil - atmosphere interface, on soil $d^{13}C$ and on total soil carbon and nitrogen. **Geoderma**, v.125, p.49-57, 2005.

FONTANA, A.; PEREIRA, M.G.; NASCIMENTO, G.B.do; ANJOS, L.H.C.; EBELING, A.G. Matéria orgânica em solos de tabuleiro na Região Norte Fluminense do RJ. **Floresta e Ambiente**, v.8, p.114-119, 2001.

FONTANA, A.; ANJOS, L.H.C.; SALLÉS, J.M.; PEREIRA, M.G.; ROSSIELLO, R.O.P. Carbono orgânico e fracionamento químico da matéria orgânica em solos da Sierra de Ánimas – Uruguai. **Floresta e Ambiente**, v.12, p. 36-43, 2005.

FONTANA, A.; PEREIRA, M.G.; LOSS, A.; CUNHA, T.J.F.; SALTON, J.C. Atributos de fertilidade e frações húmicas de um Latossolo Vermelho no Cerrado. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.41, p.847-853, 2006.

FONTANA, A.; BRITO, R.J. de.; PEREIRA, M.G.; LOSS, A.; BENITES, V.M. Caracterização de substâncias húmicas da camada superficial do solo sob diferentes coberturas vegetais. **Magistra**, v.22, p.48-55, 2010.

GONZÁLEZ-PÉREZ, M.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L.A.; MILORI, D.M.B.P.; CAMARGO, O.A.; BERTON, R.; BETTIOL, W. Characterization of humic acids extracted from sewage sludge-amended oxisols by electron paramagnetic resonance. **Soil & Tillage Research**, v.91, p.95–100, 2006.

GONZÁLEZ-PÉREZ, M.; MILORI, D.M.B.P.; COLNAGO, L.A.; MARTIN-NETO, L.; MELO, W.J. A laser-induced fluorescence spectroscopic study of organic matter in a Brazilian Oxisol under different tillage systems. **Geoderma**, v.138, p.20–24, 2007.

GUARESCHI, R.F; PEREIRA, M.G.; PERIN, A. Frações da matéria orgânica em áreas de Latossolo sob diferentes sistemas de manejo no cerrado do estado de Goiás. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 34, p. 2615-2628, 2013.

MELO, W.J.; MARQUES, M.O.; SANTIAGO, G.; CHELLI, R.A. & LEITE, S.A.S. Efeito de doses crescentes de lodo de esgoto sobre frações da matéria orgânica e CTC de um Latossolo cultivado com cana-de-açúcar. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.18, p.449-455, 1994.

MELO, V.P. **Propriedades químicas e disponibilidade de metais pesados para a cultura do milho em dois Latossolos que receberam a adição de biossólido**. Jaboticabal, Universidade Estadual Paulista, 2002. 134p. (Tese de Mestrado).

MELO, V.P., BEUTLER, A.N. SOUZA, Z.M.; CENTURION, J.F.; MELO, W.J. Atributos físicos de Latossolos adubados durante cinco anos com biossólido. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.39, p.67-72, 2004.

MILORI; D.M.B.P.; MARTIN-NETO, L.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; BOGNATO, V.S. Humification degree of soil humic acids determined by fluorescence spectroscopy. **Soil Science**, v.167, p.739-749,2002.

MILORI; D.M.B.P.; MARTIN-NETO, L.; GALETI, H.V.A.; GONZALÉZ-PÉREZ, M.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; SALTON, J. **Índice de humificação obtido através da fluorescência induzida por laser**. São Carlos, SP: Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2004. 17 p. (Embrapa Instrumentação Agropecuária. Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento, 7).

MILORI, D. M. B. P.; GALETI, H. V. A.; MARTIN-NETO, L.; DIECKNOW, J.; GONZÁLEZ-PÉREZ, M.; BAYER, C.; SALTON, J. Organic matter study of whole soil samples using laser-induced fluorescence spectroscopy. **Soil Science Society of America Journal**, v.70, p.57-63, 2006.

OLIVEIRA, F.C. & MATTIAZZO, M.E. Metais pesados em Latossolo tratado com lodo de esgoto e em plantas de cana-de-açúcar. **Scientia Agricola**, v.58, p.581-593, 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, p.505-519, 2002.

RAIJ, B.van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. **Recomendações de adubação e calagem para o estado de São Paulo**. Campinas, Instituto Agronômico de Campinas, 1996. 285p.

REEVES, D.W. The list of soil organic matter in maintaining soil quality in continuous cropping systems. **Soil e Tillage Research**, Amsterdam, v. 43, p.131– 167, 1997.

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

ROSSI, C.Q.; PEREIRA; M.G.; GIÁCOMO, S.G.; BETTA, M.; POLIDORO, J.C. Frações lábeis da matéria orgânica em sistema de cultivo com palha de braquiária e sorgo. **Ciência Agrônômica**, v.43, p.38-46, 2012.

SANTOS, L.M; SIMÕES, M.L.; SILVA, W.T.L.; MILORI, D.M.B.P.; MONTES, C.R; MELFI, A.J.; MARTIN-NETO, L. Caracterização química e espectroscópica de solos irrigados com efluente de esgoto tratado. **Eclética Química**, v.34, p.39-44, 2009.

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

SOARES, E.M.B.; SILVA, C.A.; DIAS, B.O, BETTIOL, W.; BELIZÁRIO, M.H. Frações da matéria orgânica de Latossolo sob influência de doses de lodo de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.43, n.9, p.1231-1240, 2008.

SOUZA, Z.M.; BEUTLER, A.N.; MELO, V.P.; MELO, W.J. Estabilidade de agregados e resistência à penetração em Latossolos adubados por cinco anos com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.29, p.117-123, 2005.

STEVENSON. F.J. **Humus chemistry: genesis, composition, reactions**. New York, John Wiley & Sons, 1982. 443p.

SWIFT, R.S. Organic matter characterization. In: SPARKS, D.L.; PAGE, A.L.; HELMKE, P.A.; LOEPPERT, R.H.; SOLTANPOUR, P.N.; TABATABAI, M.A.; JOHNSTON, C.T.; SUMNER, M.E.(Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society, p.1011- 1020, 1996.

VAZ, L.M.S. & GONÇALVES, J.L.M. Uso de biossólidos em povoamento de *Eucalyptus grandis*: Efeito em atributos químicos do solo, no crescimento e na absorção de nutrientes. **Brasileira de Ciência do Solo**, v.26, p.747-758, 2002.

YANG, H., XU, Z., FAN, M. Progress in carbon dioxide separation and capture: A review, **Journal of Environmental Sciences**, v.20, n.1, p.14-27, 2004.

ZECH, W. Factors controlling humification and mineralization of soil organic matter in the tropics. **Geoderma**, v.79, p.117-161, 1997.

CAPÍTULO III

Carbono, nitrogênio e grau de humificação da matéria orgânica em agregados de solos tratados com lodo de esgoto

RESUMO

A reciclagem agrícola do lodo de esgoto pode resultar em aumento da matéria orgânica e melhoria de atributos do solo. No entanto, a utilização de lodo pode alterar a qualidade e estabilidade da matéria orgânica do solo. Este trabalho teve como objetivo avaliar a influência de aplicações sucessivas de lodo de esgoto na matéria orgânica do solo e em classes de agregado de duas áreas experimentais de longo prazo. Uma área está localizada em Campinas, com solo classificado como Latossolo Vermelho eutroférico, tratado com lodo proveniente da estação de tratamento (ETE) Jundiaí, onde foram avaliados três tratamentos: adubação mineral (AM), dose de lodo recomendada para suprir a necessidade de nitrogênio pelo milho (1N) e o dobro da dose recomendada (2N). O delineamento foi inteiramente casualizado com quatro repetições, e foram realizadas sete aplicações do resíduo. A outra área localiza-se em Jaguariúna, com solo classificado como Latossolo Vermelho distroférico, onde foram realizadas 12 aplicações de lodo de esgoto proveniente da ETE Franca, onde foram avaliados os tratamentos: controle (0N), adubação mineral (AM), dose de lodo recomendada (1N) e seus múltiplos 2N, 4N e 8N, em blocos ao acaso, com três repetições. Coletaram-se amostras indeformadas (agregados) nas camadas 0-0,05; 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m. Essas amostras foram separadas em solo sem fracionar e em classes de agregado (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,053 e < 0,053 mm), nas quais se determinaram os teores totais de carbono (C) e nitrogênio (N), quantidade de massa de cada classe de agregado em relação ao total de solo e grau de humificação por meio da espectroscopia induzida por laser. A aplicação de lodo de esgoto aumentou os teores totais de C e de N no solo e nas classes de agregado proporcionalmente à dose aplicada, principalmente nos macroagregados. A fertilização com lodo de esgoto promoveu aumento do conteúdo de matéria orgânica com estruturas menos aromáticas (menos humificada), evidenciada pela redução do grau de humificação.

Palavras-chave: biossólido, agregação do solo, fluorescência induzida por laser, humificação.

Carbon, nitrogen and degree of humification of organic matter in soil aggregates treated with sewage sludge

ABSTRACT

Agricultural recycling of sewage sludge can increase soil organic matter and can improve soil properties. Moreover, the utilization of this residue can change the quality and stability of soil organic matter. This study aimed to evaluate the influence of successive sewage sludge applications in soil organic matter and aggregate classes in two long-term experimental areas. One is located in Campinas, with soil classified as clay Oxisol treated with sludge from the wastewater-treatment plants located in Jundiaí, where three treatments were evaluated: mineral fertilizer (AM), sludge recommended dose for corn nitrogen requirement (1N) and double the recommended dose (2N). The design was completely randomized with four replications and seven residue applications were made. The other area is located in Jaguariuna with soil classified as clay Oxisol, which received 12 applications of sewage sludge from the wastewater-treatment plants located in Franca. Six treatments were evaluated: control (0N), mineral fertilizer (AM), dose sludge recommended for corn nitrogen requirement (1N) and its multiple 2N, 4N and 8N, in a randomized block design with three replications. Soil samples (aggregates) were collected in 0-0.05; 0.05-0.10 and 0.10-0.20 m layers. These samples were separated in bulk soil and aggregate classes (from 9.52 to 4.00; 4.00 to 2.00; 2.00 to 0.25; 0.25 to 0.053 and <0.053 mm), in which the total carbon (C) and nitrogen (N), the amount of aggregate mass of each class relative to the total soil and degree of humification through laser-induced spectroscopy were determined. The application of sewage sludge increased the total content of C and N in soil and aggregate classes proportionally with increasing dose applied, especially in macroaggregates. Fertilization with sewage sludge promoted increase in organic matter with less aromatic structures (less recalcitrant), evidenced by the reduction in the degree of humification.

Keywords: Biosolids, soil aggregation, laser induced fluorescence, humification.

1. INTRODUÇÃO

A estabilização e/ou manutenção da matéria orgânica no solo ocorre quando há uma diminuição no potencial de sua perda por oxidação (SOLINS et al., 1996), sendo influenciada por fatores, como práticas de manejo adotadas e características intrínsecas do solo. Dessa forma, os principais mecanismos que atuam no aumento da capacidade de armazenamento de carbono no solo são: estabilização química, estabilização bioquímica e proteção física em agregados do solo (JASTROW & MILLER, 1998; STEVENSON, 1994; CHISTENSEN, 2001; SIX et al., 2002).

O incremento de carbono em solos agrícolas depende, dessa forma, do mecanismo de estabilização da matéria orgânica do solo, em que a formação e manutenção de agregados é parte importante e aspecto chave no sequestro de carbono no solo (CHUNG et al., 2008).

Os agregados se formam quando ocorre a aproximação das partículas de solo, principalmente através da floculação das partículas de argila (TISDALL & OADES, 1982). No entanto, para que ocorra a agregação de forma estável, somente a floculação não é suficiente, há, portanto, a necessidade de ocorrer a cimentação das partículas. A matéria orgânica, juntamente com os minerais de argila e os óxidos de ferro, são os principais agentes cimentantes que contribuem para a agregação do solo. As partículas de solo também podem se aproximar pela ocorrência da ação das forças de compressão, originada na atuação de raízes, variação da umidade do solo e compactação por implementos agrícolas (CARPENEDO & MIELNICZUK, 1990).

O processo de agregação depende do contínuo aporte de carbono ao solo e, portanto, é regulado pelo sistema de cultivo adotado. A contínua deposição desses resíduos estimula a formação de microagregados ($< 250 \mu\text{m}$) que se unem para formar os macroagregados (SIX et al., 2000a) e neste processo, as hifas de fungos, as raízes de plantas e a fauna do solo, como por exemplo as minhocas, desempenham importante papel (SIX et al., 2002a; MIELNICZUK et al., 2003).

A formação de macroagregados ($> 250 \mu\text{m}$) ocorre preferencialmente no entorno da matéria orgânica particulada recentemente adicionada ao solo (resíduos frescos) que se transforma em C orgânico particulado (COP) grosseiro intra-macroagregados (SIX et al., 2000). Portanto, esses resíduos frescos induzem à formação de macroagregados e agentes cimentantes (GOLCHIN et al., 1994; JASTROW, 1996; SIX et al., 1999). Quando

os agentes cimentantes nos macroagregados degradam-se, ocorre perda de sua estabilidade e liberação dos microagregados, que serão as unidades estruturais do próximo ciclo de formação de macroagregados (TISDALL & OADES, 1982).

Em solos com aporte de lodo de esgoto há pouca ou nenhuma informação sobre agregação, ganho de carbono e sua estabilização no solo. A maioria dos trabalhos têm relacionado a agregação com a matéria orgânica do solo, gerando informações a respeito do aumento da matéria orgânica e da estabilidade de agregados do solo em função da aplicação do lodo de esgoto (GARCIA-ORENES et al.; 2005; SOUZA et al., 2005; DE MARIA et al., 2007).

No entanto, a maior parte destes trabalhos são restritos aos primeiros dois ou três anos após aplicação do lodo, o que fornece uma visão limitada da relação entre alteração do conteúdo de carbono no solo e a agregação. Mesmo em sistemas com aporte expressivo de carbono e revolvimento mínimo do solo, como o plantio direto, cerca de dez a vinte anos são necessários para verificação de alterações no conteúdo de carbono e na agregação do solo (LACERDA et al., 2005; ASSIS & LANÇAS, 2010; HICKMANN & COSTA, 2012).

Diante disso, o objetivo do presente trabalho foi quantificar a distribuição do carbono e do nitrogênio em classes de agregado de solos tratados com lodo de esgoto em longo prazo e avaliar o grau de humificação da matéria orgânica do solo em cada classe de agregado.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Para a condução deste trabalho foram utilizadas amostras de solo coletadas de duas áreas experimentais: uma localizada em Campinas-SP (latitude 22°54' S, longitude 47°3' W e altitude de 600 m) e outra em Jaguariúna-SP (latitude 22°41' S, longitude 47° W e altitude de 570 m).

No experimento de Campinas, o solo é classificado como Latossolo Vermelho eutroférico de textura argilosa (58% de argila) (EMBRAPA, 2006). O lodo utilizado foi proveniente da estação de tratamento de esgoto (ETE) de Jundiaí-SP. A primeira aplicação foi realizada em dezembro de 2001 e as demais anualmente até 2007, entre os

meses de novembro e dezembro de cada ano. A aplicação do lodo foi em área total com posterior incorporação na camada de 0-0,20 m.

O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado, com quatro repetições e três tratamentos constituídos por adubação mineral (AM) e duas doses de lodo de esgoto (1N e 2N). As doses de lodo foram definidas considerando-se a quantidade de 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio (N) recomendada para a cultura do milho (Raij et al., 1996), o teor de N no lodo e a taxa de mineralização do N (TMN) de 30% (CETESB, 1999; CONAMA, 2006), sendo 1N a dose recomendada e 2N o dobro da dose recomendada para a cultura.

O solo da área experimental de Jaguariúna é um Latossolo Vermelho distroférico, textura argilosa (45% de argila) (EMPRAPA, 2006), em que foi utilizado o lodo de esgoto proveniente da ETE de Franca, SP. Nessa área, o lodo foi distribuído em área total e incorporado com enxada rotativa na camada 0-0,20 m.

O lodo proveniente da ETE Franca foi aplicado inicialmente em 1999, em que foram realizadas duas aplicações. A partir de 2000, as aplicações foram feitas anualmente entre os meses de outubro e dezembro, até o ano de 2009, totalizando 12 aplicações nessa área.

O delineamento experimental foi em blocos ao caso com três repetições em que foram avaliados cinco tratamentos: adubação mineral (AM), 0N (controle), 1N, 2N, 4N e 8N (dose recomendada, 2, 4 e 8 vezes a dose recomendada, respectivamente). As doses de lodo foram definidas seguindo-se os mesmos critérios descritos para a área anterior.

Em ambas as áreas experimentais, a fertilização mineral nas parcelas do tratamento AM também contemplou a aplicação de P e K, conforme recomendação para a cultura do milho e em função dos teores desses nutrientes no solo (RAIJ et al., 1996). Nas parcelas com lodo de esgoto, somente houve complementação com K via KCl para balanceamento com relação ao tratamento AM.

Outros detalhes sobre a implantação do experimento em Campinas, fase inicial de condução e resultados gerados em pesquisas anteriores podem ser encontrados em BUENO et al. (2011); e para a área de Jaguariúna em BETTIOL & GHINI (2011). A amostragem dos solos foi realizada em novembro/dezembro de 2011 e o procedimento envolveu a abertura de 3 minitrincheiras em cada parcela, a partir das quais foram

coletados blocos inteiros de solo até 0,20 m de profundidade, nas camadas 0-0,05; 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m.

Após a coleta, as amostras foram secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira com malha de 9,52 mm de abertura, constituindo o solo sem fracionar. Em seguida, pesaram-se 6 kg desse solo (<9,52 mm) para fracionamento em classes de agregado pelo método de peneiramento a seco, no qual um conjunto de peneiras com malhas iguais a 4,00; 2,00; 0,25 e 0,053 mm foi colocado em agitador vibratório, com frequência de 60 Hz por 15 minutos. Após o fracionamento físico para separação das classes de agregado, quantificou-se a massa de cada classe (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm).

Para a determinação de carbono (C) e de nitrogênio (N), amostras de solo sem fracionar e amostras de agregados (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm) foram homogeneizadas, moídas em almofariz e passadas em peneiras de 0,150 mm de abertura de malha. As análises de C e de N foram realizadas por meio de combustão seca em analisador elementar - LECO CN.

Estas mesmas amostras foram submetidas a análise de fluorescência induzida por laser (FIL), seguindo-se o procedimento conforme descrito em MILORI et al. (2006). Aproximadamente 0,5 g de cada amostra de solo foi prensada em forma de aço por cerca de 2 minutos, formando pastilhas com dimensões de aproximadamente 1 cm de diâmetro e 2 mm de espessura. Foram feitas duas pastilhas por cada amostra de solo.

A excitação da fluorescência foi realizada utilizando-se laser de argônio (Coherent – modelo 90 C) e foram obtidos dois espectros em cada face da pastilha, totalizando 8 espectros de FIL por amostras.

O grau de humificação (H_{FIL}) foi calculado pela razão entre o valor médio (8 espectros) da área da fluorescência (ACF) e o valor do carbono orgânico total (COT) obtido em cada amostra de solo, conforme a equação:

$$H_{FIL} = \frac{ACF}{COT}$$

O tratamento estatístico dos resultados foi por meio de análise de variância considerando-se como fatores de variação as doses de lodo de esgoto e um tratamento adicional com fertilizante mineral, além de classes de agregado quando pertinente. No caso de efeito significativo de pelo menos um dos fatores de variação de interesse, aplicou-se

teste de Tukey 5% para comparação das médias do experimento de Campinas e regressão para as doses de lodo no experimento de Jaguariúna.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Distribuição de massa em classes de agregado

No experimento de Campinas não houve efeito significativo da aplicação de fertilizante mineral e do lodo de esgoto na distribuição das classes de agregado do solo. No entanto, verificaram-se diferenças entre as classes, sendo que a classe de agregado com diâmetro entre 2,00-0,25 mm se destaca com maior porcentagem da massa total do solo nas três camadas avaliadas, com valores entre 55 a 62% (Tabela 1). As massas das classes de agregado com diâmetro de 4,00-2,00 mm e de 0,25-0,053 mm foram semelhantes com valores entre 15 e 18%. Para as classes nos extremos de tamanho dentro da faixa aqui estudada, ou seja, para os agregados com diâmetro entre 9,52 e 4,00 mm e àqueles menores que 0,053 mm, a participação na massa total do solo foi cerca de 5-10% e 2%, respectivamente.

Tabela 1. Distribuição da massa total de solo em classes de agregado até 0,20 m de profundidade em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado mm	Profundidade (m)		
	0-0,05	0,05-0,10	0,10-0,20
	----- % -----		
9,52-4,00	4,86 c ⁽¹⁾	5,63 c	9,94 c
4,00-2,00	15,66 b	17,56 b	18,46 b
2,00-0,25	62,41 a	58,56 a	54,62 a
0,25-0,053	14,94 b	16,45 b	15,30 b
<0,053	2,13 d	1,80 d	1,68 d

⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

No experimento de Jaguariúna e de forma semelhante ao verificado para a área de Campinas, a classe de agregados de 2,00-0,25 mm predominou na massa total do solo,

independentemente da profundidade amostrada e do uso de adubo mineral ou lodo de esgoto, com valores 51 e 57% (Tabela 2).

Na camada 0-0,5 m as doses de lodo de esgoto influenciaram de modo antagônico a distribuição de massas nos agregados de 9,52-4,00 mm e de 0,25-0,053 mm. Para a classe de maior diâmetro, houve incremento na massa relativa de agregados com o aumento da dose de lodo até 4N, enquanto o contrário foi verificado para a classe de microagregado. Este mesmo comportamento foi verificado para a camada 0,05-0,10 m, com pontos de inflexão das curvas entre 2N e 4N. Os incrementos de massa com a dose de lodo aplicada foram verificados para duas das classes de macroagregado estudadas (9,52-4,00 mm e 4,00-2,00 mm) e a redução da massa de agregados ocorreu nas classes de 2,00-0,25 mm e 0,25-0,053 mm.

Essa redução na massa de agregado nas classes com menor diâmetro, concomitantemente a incrementos de massa nas classes de maior diâmetro é concordante com a teoria de agregação proposta por TISDAL & OADES (1982), em que agregados de menor tamanho são a base para a formação de agregados maiores. Tanto a formação como a manutenção dos macroagregados é favorecida por aportes de matéria orgânica no sistema (SIX et al., 2002), o que explica, pelo menos em parte, as alterações anteriormente citadas.

Especificamente para áreas tratadas com lodo de esgoto, os resultados sobre agregação são controversos (BARBOSA et al., 2004; SOUZA et al., 2005; DE MARIA et al., 2007), porém dependentes, dentre outros fatores, do aporte de material orgânico aplicado via lodo (DE MARIA et al., 2007), tal como verificado por meio das equações polinomiais de segundo grau da Tabela 2. No trabalho de DE MARIA et al. (2007), desenvolvido nos primeiros dois anos após a aplicação de lodo de esgoto na área experimental de Campinas, foi verificado que a massa de agregado na classe com diâmetro entre 9,52-6,35 mm (camada 0-0,10 m) foi superior somente na maior dose de lodo aplicada (2N). Confrontando os resultados de DE MARIA et al. (2007) com a ausência de efeito aqui verificada para os mesmos tratamentos após 7 aplicações de lodo, na mesma área experimental, pode-se inferir que, além do aporte de C, a frequência de reaplicação, ou seja, o intervalo de 4 anos sem novo aporte de C via lodo foi fundamental para o comprometimento da agregação construída em anos anteriores. A idéia de manutenção de macroagregados a partir de uma matéria orgânica menos humificada ciclando no sistema edáfico (SIX et al., 2002) também se encaixa perfeitamente no cenário exposto.

Tabela 2. Efeito da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) na distribuição da massa total de solo em classes de agregado até 0,20 m de profundidade de Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
----- % -----								
0-0,05 m								
9,52-4,00	7,37 cd A ⁽³⁾	6,95 cd	9,00 d A	10,04 c	10,37 c	6,47 d	$y = 7,18 + 1,81x - 0,238x^2$	0,98*
4,00-2,00	12,04 c A	10,52 c	14,63 c A	13,44 c	14,41 bc	13,55 c	NS	---
2,00-0,25	55,02 a A	55,91 a	53,80 a A	54,19 a	53,83 a	52,94 a	NS	---
0,25-0,053	22,58 b A	24,06 b	19,81 b A	19,85 b	18,91 b	24,34 b	$y = 23,30 - 2,52 + 0,3331x^2$	0,91*
<0,053	2,99 d A	2,56 d	2,76 e A	2,49 d	2,48 d	2,70 d	NS	---
0,05-0,10 m								
9,52-4,00	8,79 c A	9,22 d	12,96 c B	11,70 c	11,56 c	7,21 d	$y = 10,20 + 1,32x - 0,214x^2$	0,81*
4,00-2,00	14,57 b A	14,62 c	16,85 b A	16,37 b	16,83 b	15,78 c	$y = 15,15 + 0,90x - 0,104x^2$	0,66*
2,00 - 0,25	56,40 a A	56,68 a	52,83 a B	53,79 a	53,88 a	54,90 a	$y = 55,56 - 1,15x + 0,136x^2$	0,44*
0,25-0,053	18,21 b A	17,49 b	15,37 bc A	16,29 b	15,69 b	19,63 b	$y = 11,11 - 1,02 + 0,167x^2$	0,90*
<0,053	2,03 d A	1,99 e	1,99 d A	1,85 d	2,04 d	2,48 e	NS	---
0,10-0,20 m								
9,52-4,00	12,02 c A	14,40 b	15,54 b B	13,95 b	14,74 bc	11,40 c	$y = 15,23 - 0,412x$	0,70*
4,00-2,00	16,48 b A	16,25 b	17,10 b A	16,07 b	17,37 b	16,56 b	NS	---
2,00-0,25	53,84 a A	51,46 a	50,98 a B	52,37 a	52,03 a	53,11 a	NS	---
0,25-0,053	15,90 bc A	16,08 b	14,62 b A	15,85 b	14,10 c	16,97 b	$y = 16,02 - 0,83x + 0,118x^2$	0,67*
<0,053	1,77 d A	1,82 c	1,76 c A	1,77 c	1,76 d	1,94 d	NS	---

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3); ⁽⁴⁾ Modelo de regressão ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

Na camada 0,10-0,20 m as doses de lodo reduziram as quantidades de agregado nas frações 9,52-4,00 mm e 0,25-0,053 mm, sem aparente efeito no aumento da agregação nas demais frações. No entanto, quando há redução nos agregados de qualquer fração, outra fração deve apresentar incremento, o que ocorreu na classe 2,00-0,25 mm, predominante na massa total do solo.

Na comparação entre AM e 1N foi verificado o mesmo comportamento citado anteriormente, menos para a camada 0-0,05 m, em que o lodo estimulou a agregação na classe 9,52-4,00 mm, em detrimento à agregação em 2,00-0,25 mm. Neste caso, a explicação relacionada com a teoria de formação de agregados (TISDAL & OADES, 1982) e incorporação de matéria orgânica via lodo na manutenção da macroagregação (SIX et al., 2002) também deve ser considerada como válida.

3.2 Teores totais e ponderados de carbono (C) e nitrogênio (N)

No experimento localizado em Campinas, houve interação entre os tratamentos com aplicação de lodo de esgoto e as classes de agregado do solo para os teores de carbono orgânico total (COT) na camada 0-0,05 m (Tabela 3). Em relação aos tratamentos, os menores teores de COT foram verificados no tratamento com adubação mineral (AM), tanto para as classes de agregados, como para o solo sem fracionar, variando entre 14,21 e 20,53 g kg⁻¹ nas três camadas avaliadas (Tabela 3). Neste mesmo tratamento, de modo geral, não houve diferença entre as classes de agregado, exceto na camada 0,10-0,20 m, em que a classe <0,053 mm apresentou teor igual a 17,3 g kg⁻¹, diferenciando-se das demais classes.

Os maiores teores de COT foram verificados no tratamento 2N, em todas as classes de agregado e solo sem fracionar, nas três profundidades avaliadas (Tabela 3). Os teores de COT obtidos no tratamento 2N representam, aproximadamente, o dobro ou mais, quando comparados com os teores encontrados no tratamento com AM, principalmente nos agregados de maior diâmetro (9,52-4,00; 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm), nas duas primeiras camadas avaliadas (0-0,05 e 0,05-0,10 m). Entre 1N e 2N, as diferenças no COT também ficaram restritas aos dez primeiros centímetros de profundidade (Tabela 3). Verificou-se redução gradativa das diferenças entre 1N e 2N com a diminuição do diâmetro dos

agregados, sendo que nas classes 2,00-0,25 mm, 0,25-0,053 e <0,053 mm os efeitos dos tratamentos foram semelhantes.

A adição de C em agregados do solo ocorre preferencialmente em macroagregados, uma vez que os processos de estabilização dos microagregados são parcialmente permanentes (TISDALL & OADES, 1982). Os resultados aqui obtidos corroboram outros da literatura especializada (ELLIOTT, 1986; GUPTA & GERMIDA, 1988; PUGET, et al, 1995; SIX et al., 2000; KUSHWAHA et al., 2001; ZOTARELLI et al., 2005; LOSS et al., 2011; HICKMAN & COSTA, 2012; JHA et al., 2012), em que foram observados maiores teores totais de C nos macroagregados, comparativamente aos observados nos microagregados.

Na camada 0,10-0,20 m, o efeito da aplicação do lodo de esgoto não foi tão pronunciado, uma vez que a classe de agregado com menor diâmetro (<0,053 mm), classificada como microagregado, apresentou os maiores teores de COT, independentemente do tratamento avaliado (Tabela 3), apresentando valores de 17,3; 24,3 e 26,7 g kg⁻¹ para AM, 1N e 2N, respectivamente.

O solo sem fracionar, embora não tenha sido comparado estatisticamente, apresentou valores de COT próximos aos valores da classe de 2,00-0,25 mm (classe com maior porcentagem de massa no solo) em todas as camadas avaliadas, variando de 12,3 a 32,4 g kg⁻¹ e de 12,4 a 30,4 g kg⁻¹, respectivamente (Tabela 3).

Na área de Jaguariúna, na camada 0-0,05 m (Tabela 4) o teor total de C do solo no tratamento sem aplicação de lodo de esgoto foi de 13,6 g kg⁻¹ ou 1,36%, o que está de acordo com o que tem se observado na literatura, uma vez que o teor de C em solos tropicais raramente ultrapassa 2% (GERRINI & BULL, 1992) devido às altas temperaturas e pluviosidade, que aceleram a taxa de decomposição da matéria orgânica nesses solos.

As doses de lodo de esgoto influenciaram os teores de C no solo e nas classes de agregado. Novamente a maior dose de lodo aplicada ao solo apresentou os maiores teores totais de C, comprovando o incremento de C no solo em função da aplicação de lodo de esgoto (Tabela 4). Diferentemente do experimento localizado em Campinas, o experimento de Jaguariúna apresentou maior incremento de C nos microagregados, independentemente da dose de lodo aplicada ou do uso de adubo mineral, com maior incremento verificado na classe com diâmetro < 0,053 mm, seguida da classe com diâmetro entre 0,25-0,053 mm, com valores variando de 24,8 a 41,8 g kg⁻¹ e de 16,2 a 29,2 g kg⁻¹, respectivamente (Tabela 4).

Tabela 3. Carbono total em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico (Campinas – SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM ⁽¹⁾	1N ⁽²⁾	2N
mm	----- g kg ⁻¹ -----		
	0-0,05 m		
Solo	15,28 C ⁽³⁾	23,84 B	32,36 A
9,52-4,00	14,21 C a	28,72 B ab	58,25 A a
4,00-2,00	14,71 C a	32,56 B a	52,98 A a
2,00-0,25	15,06 B a	23,82 A ab	30,36 A b
0,25-0,053	14,87 B a	20,72 AB b	25,17 A b
<0,053	20,53 B a	28,84 AB ab	34,41 A b
	0,05-0,10 m		
Solo	14,37 B	20,76 A	23,79 A
9,52-4,00	12,60 C a	23,86 B a	44,91 A a
4,00-2,00	13,16 C a	27,36 B a	39,98 A ab
2,00-0,25	14,32 B a	20,43 AB a	24,60 A c
0,25-0,053	14,87 B a	20,79 AB a	24,65 A c
<0,053	19,26 C a	27,66 B a	35,01 A b
	0,10-0,20 m		
Solo	12,30 B	16,74 A	17,31 A
9,52-4,00	12,17 B b	17,33 A b	19,69 A b
4,00-2,00	12,33 B b	18,24 A b	18,86 A b
2,00-0,25	12,38 B b	15,53 AB b	16,65 A b
0,25-0,053	13,37 B b	17,53 A b	19,19 A b
<0,053	17,27 B a	24,34 A a	26,67 A a

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a taxa de mineralização do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Tabela 4. Carbono total em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
Solo	15,54 A ⁽³⁾	13,55	16,29 A	18,22	19,56	23,04	y = 14,88 + 1,08x	0,93*
9,52-4,00	15,79 c A	14,01 bc	16,23 c A	16,55 cd	18,97 cd	24,45 c	y = 14,28 + 1,25x	0,99*
4,00-2,00	16,06 c A	14,47 b	16,31 c A	17,20 c	19,38 c	23,45 c	y = 14,91 + 1,09x	0,99*
2,00-0,25	13,11 d A	11,35 c	13,76 c A	14,26 d	16,43 d	19,65 d	y = 12,18 + 0,97x	0,97*
0,25-0,053	19,18 b A	16,18 b	19,75 b A	20,81 b	24,21 b	29,19 b	y = 17,43 + 1,53x	0,97*
<0,053	27,90 a A	24,80 a	29,99 a B	31,27 a	35,79 a	41,80 a	y = 26,80 + 1,98x	0,95*
		0,05-0,10 m						
Solo	13,91 A	12,79	14,88 A	15,39	17,33	20,05	y = 13,53 + 0,85x	0,96*
9,52-4,00	14,07 c A	12,97 c	13,98 c A	14,91 d	16,65 c	20,26 c	y = 13,04 + 0,90x	1,00*
4,00-2,00	13,76 cd A	13,20 bc	15,36 c B	15,86 c	17,95 c	20,15 c	y = 14,07 + 0,81x	0,94*
2,00-0,25	11,97 d A	11,09 c	13,09 c A	13,74 c	15,58 c	17,61 c	y = 11,94 + 0,76x	0,94*
0,25-0,053	18,16 b A	16,06 b	18,88 b A	20,21 b	23,17 b	27,01 b	y = 17,16 + 1,30x	0,96*
<0,053	26,34 a A	23,73 a	27,97 a B	29,20 a	33,40 a	38,20 a	y = 25,40 + 1,70x	0,95*
		0,10-0,20 m						
Solo	14,03 A	12,76	13,99 A	15,51	16,81	19,42	y = 13,28 + 0,80x	0,97*
9,52-4,00	14,32 bc A	12,87 bc	13,76 c A	14,95 c	15,64 c	18,18 cd	y = 13,17 + 0,64x	0,99*
4,00-2,00	14,22 c A	13,32 bc	14,45 c A	15,60 c	17,06 c	19,50 c	y = 13,73 + 0,75x	0,98*
2,00-0,25	12,36 c A	11,05 c	12,55 c A	13,86 c	15,05 c	16,99 d	y = 11,81 + 0,70x	0,93*
0,25-0,053	17,51 b A	15,70 b	17,88 b A	20,05 b	21,71 b	25,26 b	y = 16,74 + 1,13x	0,95*
<0,053	25,26 a A	23,10 a	25,62 a A	28,77 a	31,53 a	37,43 a	y = 24,09 + 1,73x	0,98*

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a taxa de mineralização de nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽⁴⁾ Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

O maior ganho em C nos microagregados em comparação aos macroagregados não é reportado com frequência na literatura. Segundo a teoria da agregação, os macroagregados devem conter maior teor de C que os microagregados, uma vez que os agregados de maiores tamanhos são formados a partir de agregados menores ligados por agentes cimentantes ou estabilizadores. No entanto, apesar da pouca ocorrência, o aumento de C em microagregados já foi verificado em alguns trabalhos (BEARE et al., 1994; DOMINGUES, 2013). Valores entre 22 e 36 g kg⁻¹ de C em microagregados num Latossolo (camadas 0-0,05 m e 0,05-0,10 m) tratado com lodo de esgoto da ETE de Barueri, na mesma área experimental do presente estudo, representaram de 46 a 72% a mais de C em comparação aos valores médios nos macroagregados (DOMINGUES, 2013).

Em geral, as aplicações crescentes de lodo de esgoto incrementaram os teores de COT nas classes de agregado do solo. Os teores de COT aumentaram linearmente com as doses de lodo aplicadas ao solo, independentemente da classe de agregado avaliada e da profundidade de amostragem.

O fato dos microagregados apresentarem os maiores teores de COT no experimento de Jaguariúna pode ser explicado por outra teoria de agregação proposta por OADES (1984), que é controversa à teoria proposta por TISDAL & OADES (1982). Pela teoria de OADES (1984), as partículas primárias do solo encontram-se unidas e envoltas pela matéria orgânica particulada (MOP), formando, assim, os macroagregados. Na medida em que a MOP que envolve as partículas primárias sofre ação decompositora dos microrganismos, há desestabilização do macroagregado e formação de microagregados. Dessa maneira, admite-se que os microagregados formados são enriquecidos em matéria orgânica, devido à incorporação de exsudados liberados durante o processo de decomposição (GOLCHIN et al., 1997; SIX et al., 1998).

Além disso, tal comportamento pode ser devido às características próprias do solo da área. Em solos tropicais, como os Latossolos, há predominância de óxidos e argila do tipo 1:1, o que pode ocasionar acúmulo de C na estrutura granular do solo e resultar em alta estabilidade (ROSCOE et al., 2004). No caso desses solos, a formação de agregados é menos influenciada pela adição de matéria orgânica (SIX et al., 1999; DENEFF et al., 2004) e esta, por sua vez, acumularia predominantemente em microagregados em função da interação com os minerais de argila (SOLLINS et al., 1996).

Na Tabela 4, ao comparar o tratamento com adubo mineral e o da dose referência de lodo (1N), verifica-se que só houve diferença entre esses tratamentos na menor classe

de agregado ($<0,053\text{mm}$), em que a dose 1N apresentou os maiores teores de COT até 0,10 m de profundidade.

Nas duas áreas avaliadas, verificou-se decréscimo dos teores de COT com aumento da profundidade, atingindo valores de 12,2 e 11,0 g kg^{-1} para a área de Campinas e Jaguariúna, respectivamente (Tabela 4). O gradiente de carbono a partir da superfície do solo é fato reconhecido e relacionado com os processos de transformação da matéria orgânica pela atividade microbiana edáfica a partir do aporte de restos culturais e/ou de resíduos orgânicos aplicados (FONSECA et al., 2007).

As diferenças para o incremento de C devido à aplicação de lodo nas áreas experimentais de Campinas e Jaguariúna também merecem destaque. O maior ganho de C foi verificado na área experimental de Campinas, em que o solo apresenta 58% de argila, valor este superior aos 45% de argila da área experimental de Jaguariúna.

A textura do solo controla, pelo menos em parte, sua capacidade em estocar C (IKOLBL & KOGEL-KNABNER, 2004; ZINN et al., 2007), e espera-se que a saturação em C seja maior quanto maior o teor de argila. Dessa forma, como os solos em questão apresentaram entre 23 e 24 g kg^{-1} de matéria orgânica na camada superficial 0 a 0,20 m (dados não publicados), maiores incrementos em C no solo com 58% de argila podem ser explicados pela provável maior capacidade em acumular/estabilizar a fração orgânica aplicada via lodo (IKOLBL & KOGEL-KNABNER, 2004).

Com base nas massas de agregado (Tabelas 1 e 2) e nos teores de C (Tabelas 3 e 4) foram calculadas as quantidades de C em cada classe de agregado (Tabelas 5 e 6).

Embora as classes de agregado com diâmetro superior a 2,00 mm no experimento de Campinas e inferior a 0,053 mm no experimento de Jaguariúna tenham apresentado os maiores teores totais de C nas três profundidades estudadas (Tabelas 3 e 4), quando se avalia a contribuição em C ponderada pela massa de agregados a situação é alterada (Tabelas 5 e 6). Observa-se, por exemplo, que na área experimental em Campinas a contribuição em C dos macroagregados variou entre 18 e 33% considerando-se as três camadas avaliadas até 0,20 m de profundidade. Em Jaguariúna a fração inferior a 0,053 mm respondeu por somente 3 a 5% do total de C do solo.

Em Campinas, a segunda classe que mais contribuiu para o acúmulo de C total no solo, foi a classe de 4,00-2,00 mm, com valores entre 2,1 a 8,8 g kg^{-1} de solo (Tabela 5). Em Jaguariúna foi a classe entre 0,25-0,053 mm com valores médios de C total variando de 2,5 a 7,1 g kg^{-1} (Tabela 6). De modo geral as quantidades de C nas classes de agregado,

exceto para as de diâmetro 9,52-4,00 mm e <0,053 mm, foram incrementadas com a aplicação do lodo (Tabelas 5 e 6).

Tabela 5. Quantidade de carbono em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM ⁽¹⁾	1N ⁽²⁾	2N
mm	----- Quantidade (g) -----		
	0-0,05 m		
9,52-4,00	0,53 A c ⁽³⁾	1,11 A cd	2,11 A cd
4,00-2,00	2,11 A b	5,14 B b	8,81 C b
2,00-0,25	9,65 A a	15,19 B a	19,05 C a
0,25-0,053	2,38 A b	3,00 B c	3,68 B c
<0,053	0,41 A c	0,60 A d	0,83 A d
	0,05-0,10 m		
9,52-4,00	0,75 A c	1,51 AB d	1,93 B d
4,00-2,00	2,38 A b	4,85 B b	6,63 C b
2,00-0,25	8,41 A a	12,05 B a	14,22 C a
0,25-0,053	2,32 A b	3,17 A c	4,55 B c
<0,053	0,32 A c	0,46 A d	0,73 A e
	0,10-0,20 m		
9,52-4,00	1,39 A bc	1,27 A c	2,07 A c
4,00-2,00	2,45 A b	3,39 AB b	3,75 B b
2,00 - 0,25	6,68 A a	8,79 B a	8,91 B a
0,25-0,053	1,76 A b	2,73 A b	2,69 A bc
<0,053	0,29 A c	0,43 A c	0,43 A d

⁽¹⁾AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a taxa de mineralização de nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Em relação ao teor total de N na área de Campinas para a profundidade 0-0,05 m, não houve diferença entre as classes de agregado para o tratamento com adubação mineral (Tabela 7). Nas duas outras camadas avaliadas foram observadas diferenças quanto aos teores totais de N, sendo que a 0,05-0,10 m a classe <0,053 mm apresentou maior teor de N comparativamente aos macroagregados com diâmetro superior a 2,00 mm. A 0,10-0,20 m, novamente houve destaque para a classe de agregado com diâmetro < 0,053 mm, com esta apresentando-se mais enriquecida em N que as demais.

Na comparação entre adubação mineral e os tratamentos com lodo de esgoto, nas três profundidades avaliadas, é possível observar que a reciclagem deste resíduo no solo incrementa o N nos agregados com diâmetro >2,00 mm e esse efeito é dependente da dose aplicada (Tabela 7). Em média, os valores de N nesses agregados foram cerca de duas e três vezes maiores quando do uso das doses 1N e 2N, respectivamente, em comparação com tratamento AM.

De modo geral, nos agregados <2,00 mm somente verificam-se diferenças entre os tratamentos 2N e AM, o que confirma a importância do aporte de C no incremento do elemento no solo.

Ao considerar o solo sem fracionar (Tabela 7), o efeito do lodo foi verificado até 0,10 m de profundidade, em que a maior dose aplicada conduziu a incrementos de N iguais a 46% na camada 0-0,05 m e 63% na camada 0,05-0,10 m em relação a adubação mineral. O tratamento 1 N somente foi diferente da adubação mineral na camada 0-0,05 m.

Para a área localizada em Jaguariúna, em relação ao teor total de N, houve interação significativa entre doses de lodo de esgoto e as classes de agregado nas três profundidades estudadas (Tabela 8). Independentemente da dose de lodo e do adubo mineral aplicados ao solo, observou-se que agregados <0,053 mm apresentaram maiores teores de N total, diferindo das demais classes de agregado. Os teores totais de N no solo sem fracionar aumentaram com a aplicação crescente de lodo de esgoto nas profundidades 0-0,05 e 0,05-0,10 m. Para todas as camadas avaliadas observa-se que a aplicação de doses crescentes de lodo de esgoto proporcionou aumentos lineares nos teores totais de N, exceto para a classe <0,053 mm da camada 0,05-0,10 m, que apresentou efeito quadrático com o aumento das doses de lodo (Tabela 8). Os coeficientes angulares das equações de reta ajustadas aos resultados na camada 0-0,05 m indicam que nos microagregados o efeito das doses foi maior do que nos macroagregados, sendo os incrementos de 0,11 e 0,15 g kg⁻¹ de N para cada uma dose de lodo aplicada, enquanto nos macroagregados o valor médio foi de 25 a

45% inferior. Nas demais profundidades é possível verificar o mesmo comportamento, principalmente a 0,10-0,20 m de profundidade.

Considerando que agregados menores são mais estáveis no solo (SOLLINS et al., 1996), práticas de manejo que incrementem N ou C nestes compartimentos têm potencialmente impactos importantes nos estoques desses elementos no sistema edáfico. Além do aspecto relacionado a estabilidade temporal dos ganhos em N ou C, por meio dos resultados da Tabela 2 verifica-se que a participação dos microagregados na massa de solo fica entre 16 e 27%, o que pode ser significativo quando associado ao incremento em N nessas classes de agregado, conforme discutido adiante.

Entre as classes de agregado é possível perceber maior diferenciação quanto ao teor de N na medida em que a dose de lodo aumenta (Tabela 8). Há favorecimento ao incremento em N nos agregados de menor diâmetro, conforme discutido anteriormente para os coeficientes angulares das equações de reta.

Ao comparar o tratamento com adubo mineral (AM) e a dose recomendada de lodo (1N), não houve diferença entre tais tratamentos nas profundidades avaliadas. Assim, os teores totais de N do solo e das classes de agregado obtidos na dose 1N estão de acordo com os obtidos no tratamento AM, uma vez que a dose recomendada é calculada para fornecer a mesma quantidade de N para a cultura que a adubação mineral.

Calculou-se a contribuição da massa de cada classe de agregado na quantidade de N total das duas áreas. Considerando os teores de N total ponderados pelas massas na área de Campinas (Tabela 9), observou-se que a classe com diâmetro de 2,00-0,25 mm apresentou a maior quantidade de N total, seguida da classe de 4,00-2,00 mm, as quais detêm as maiores porcentagens de massa total do solo (aproximadamente 59 e 17%, respectivamente). As classes que menos contribuíram com N total no solo foi a maior e a menor classe de agregado (9,52-4,00 e <0,053 mm) que não diferiram entre si, considerando-se as três profundidades. Os valores médios de N na classe 2,00-0,25 mm foram de 1,3; 1,1 e 0,8 g para as profundidades 0-0,05, 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m, respectivamente, o que representa aproximadamente 60, 55 e 14% do total de N no solo na mesma ordem.

Ainda na área de Campinas, observa-se que houve diferença entre os tratamentos com aplicação de lodo e adubação mineral apenas nas classes com diâmetro entre 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm nas camadas 0-0,05 e 0,05-0,10 m, enquanto na profundidade de 0,10-0,20 m, a diferença é verificada apenas na classe de 2,00-0,25 mm (Tabela 9).

Tabela 6. Quantidade de carbono em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
9,52-4,00	1,15 c A ⁽³⁾	0,96 c	1,46 cd A	1,65 cd	1,93 cd	1,58 d	NS	---
4,00-2,00	1,93 c A	1,51 c	2,38 c A	2,31 c	2,79 c	3,10 c	y = 1,92 + 0,17x	0,78*
2,00-0,25	7,22 a A	6,34 a	7,40 a A	7,72 a	8,86 a	10,41 a	y = 6,69 + 0,48x	0,97*
0,25-0,053	4,35 b A	3,90 b	3,92 b A	4,16 b	4,61 b	7,09 b	y = 3,51 + 0,41x	0,92*
<0,053	0,84 c A	0,64 c	0,84 d A	0,78 d	0,89 d	1,27 d	NS	---
		0,05-0,10 m						
9,52-4,00	1,24 cd A	1,20 cd	1,80 c A	1,71 c	1,92 c	1,45 d	NS	---
4,00-2,00	2,00 c A	1,93 c	2,58 b A	2,60 b	3,03 b	3,19 c	y = 2,26 + 0,14x	0,77*
2,00-0,25	6,75 a A	6,29 a	6,93 a A	7,38 a	8,40 a	9,67 a	y = 6,49 + 0,42x	0,98*
0,25-0,053	3,32 b A	2,81 b	2,91 b A	3,29 b	3,63 b	5,28 b	y = 2,65 + 0,31x	0,97*
<0,053	0,54 d A	0,47 d	0,56 d A	0,54 d	0,68 d	0,95 d	NS	NS
		0,10-0,20 m						
9,52-4,00	1,72 c A	1,85 c	2,12 b A	2,09 c	2,31 c	2,08 d	NS	---
4,00-2,00	2,34 cd A	2,16 b	2,46 b A	2,52 bc	2,97 bc	3,24 c	y = 2,18 + 0,13x	0,93*
2,00-0,25	6,65 a A	5,69 a	6,42 a A	7,26 a	7,83 a	8,76 a	y = 6,11 + 0,36x	0,91*
0,25-0,053	2,79 b A	2,53 b	2,62 b A	3,16 b	3,06 b	4,25 b	y = 2,50 + 0,21x	0,92*
<0,053	0,45 d A	0,42 d	0,45 c B	0,50 d	0,56 d	0,72 e	NS	---

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a TMN do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de N à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3); ⁽⁴⁾ Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

Tabela 7. Nitrogênio total em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM ⁽¹⁾	1N ⁽²⁾	2N
mm		g kg ⁻¹	
		0-0,05 m	
Solo	1,57 B ⁽³⁾	2,14 A	2,56 A
9,52-4,00	1,46 C a	2,50 B ab	4,33 A a
4,00-2,00	1,41 C a	2,80 B a	4,00 A a
2,00-0,25	1,48 B a	2,14 AB ab	2,49 A b
0,25-0,053	1,51 B a	1,95 AB b	2,19 A b
<0,053	2,06 B a	2,61 AB ab	2,95 A b
		0,05-0,10 m	
Solo	1,42 B	1,80 AB	2,08 A
9,52-4,00	1,33 C b	2,06 B ab	3,56 A a
4,00-2,00	1,24 C b	2,25 B ab	3,21 A a
2,00-0,25	1,47 B ab	1,93 AB b	2,25 A b
0,25-0,053	1,59 B ab	2,01 AB b	2,33 A b
<0,053	1,95 C a	2,57 B a	3,26 A a
		0,10-0,20 m	
Solo	1,20 A	1,31 A	1,36 A
9,52-4,00	1,07 C b	1,57 B b	1,97 A b
4,00-2,00	1,38 C b	1,71 B b	1,72 A bc
2,00-0,25	1,32 A b	1,54 A b	1,57 A c
0,25-0,053	1,41 B b	1,67 AB b	1,80 A bc
<0,053	1,85 B a	2,14 AB a	2,34 A a

⁽¹⁾AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a TMN do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de N à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Tabela 8. Nitrogênio total em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
Solo	1,37 A ⁽³⁾	1,24	1,43 A	1,61	1,70	1,99	y = 1,33 + 0,09x	0,93*
9,52-4,00	1,40 c A	1,30 bc	1,49 c A	1,47 c	1,64 cd	2,04 c	y = 1,33 + 0,09x	0,97*
4,00-2,00	1,38 c A	1,27 c	1,35 c A	1,50 c	1,70 c	1,92 cd	y = 1,30 + 0,08x	0,96*
2,00-0,25	1,34 c A	1,15 c	1,31 c A	1,36 c	1,49 d	1,79 d	y = 1,19 + 0,08x	0,98*
0,25-0,053	1,64 b A	1,47 b	1,69 b A	1,80 b	2,02 b	2,39 b	y = 1,55 + 0,11x	0,98*
<0,053	2,12 a A	1,95 a	2,27 a A	2,41 a	2,71 a	3,24 a	y = 2,06 + 0,15x	0,98*
		0,05-0,10 m						
Solo	1,4 A	1,31	2,74 A	1,64	1,81	2,14	NS	---
9,52-4,00	1,48 b A	1,30 bc	1,49 b A	1,50 bc	1,71 b	2,11 b	y = 1,33 + 0,09x	0,99*
4,00-2,00	1,33 bc A	1,28 bc	1,43 bc A	1,44 bc	1,55 bc	1,72 c	y = 1,33 + 0,05x	0,95*
2,00-0,25	1,15 c A	1,09 c	1,20 c A	1,29 c	1,41 c	1,58 c	y = 1,14 + 0,06x	0,96*
0,25-0,053	1,41 b A	1,37 b	1,54 b A	1,61 b	1,78 b	2,10 b	y = 1,42 + 0,09x	0,99*
<0,053	2,29 a A	2,15 a	2,43 a A	2,67 a	3,06 a	3,62 a	y = 2,25 + 0,18x	0,98*
		0,10-0,20 m						
Solo	1,32 A	1,21	1,30 A	1,46	1,59	1,78	y = 1,26 + 0,07x	0,95*
9,52-4,00	1,36 b A	1,28 b	1,37 b A	1,43 b	1,51 bc	1,71 c	y = 1,31 + 0,05x	0,99*
4,00-2,00	1,38 b A	1,27 b	1,37 b A	1,50 b	1,61 b	1,80 bc	y = 1,32 + 0,06x	0,96*
2,00-0,25	1,23 b A	1,18 b	1,26 b A	1,37 b	1,37 c	1,44 d	y = 1,24 + 0,03x	0,76*
0,25-0,053	1,41 b A	1,32 b	1,46 b A	1,56 b	1,66 b	1,97 b	y = 1,36 + 0,08x	0,98*
<0,053	2,09 a A	1,89 a	2,09 a A	2,31 a	2,43 a	2,96 a	y = 1,96 + 0,13x	0,98*

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a TMN do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de N à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade; ⁽⁴⁾ Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

Tabela 9. Quantidade de nitrogênio em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM ⁽¹⁾	1N ⁽²⁾	2N
mm	----- Quantidade (g) -----		
	0-0,05 m		
9,52-4,00	0,05 A b ⁽³⁾	0,10 A cd	0,16 A cd
4,00-2,00	0,20 C b	0,44 B b	0,67 A b
2,00-0,25	0,96 C a	1,36 B a	1,56 A a
0,25-0,053	0,25 A b	0,28 A c	0,32 A c
<0,053	0,04 A b	0,06 A d	0,07 A d
	0,05-0,10 m		
9,52-4,00	0,08 A c	0,13 A d	0,15 A d
4,00-2,00	0,23 C b	0,40 B b	0,54 A b
2,00-0,25	0,87 C a	1,14 B a	1,30 A a
0,25-0,053	0,25 B b	0,31 B c	0,43 A c
<0,053	0,03 A c	0,04 A d	0,07 A d
	0,10-0,20 m		
9,52-4,00	0,12 AB cd	0,11 B c	0,21 A c
4,00-2,00	0,27 A b	0,32 A b	0,34 A b
2,00-0,25	0,71 B a	0,87 A a	0,84 A a
0,25-0,053	0,19 A bc	0,26 A b	0,25 A bc
<0,053	0,03 A d	0,04 A c	0,04 A d

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Em relação aos teores totais de N ponderados na área de Jaguariúna (Tabela 10) a aplicação de doses crescentes de lodo proporcionou alteração da distribuição de N entre as classes de agregado. Como na área anterior, a quantidade de N total foi maior na classe 2,00-0,25 mm, a qual detém a maior porcentagem da massa total do solo. Os valores médios de N nessa classe nas camadas 0-0,05, 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m foram iguais a 0,76; 0,71 e 0,69 g, respectivamente, representando cerca de 49% do total de N. A classe <0,053 mm (com menor porcentagem da massa total do solo) apresentou as menores quantidades de N nas três camadas, contribuindo com aproximadamente 3 a 4% do total.

Tabela 10. Quantidade de nitrogênio em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0,1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
9,52-4,00	0,10 c A ⁽³⁾	0,09 c	0,13 cd A	0,15 cd	0,17 c	0,13 d	NS	---
4,00-2,00	0,17 c A	0,13 c	0,20 c A	0,20 c	0,25 c	0,25 c	y = 0,18 + 0,01x	0,77*
2,00-0,25	0,74 a A	0,64 a	0,71 a A	0,74 a	0,80 a	0,95 a	y = 0,70 + 0,03x	0,92*
0,25-0,053	0,37 b A	0,36 b	0,34 b A	0,36 b	0,38 b	0,58 b	y = 0,32 + 0,03x	0,82*
<0,053	0,06 c A	0,05 c	0,06 d B	0,06 d	0,07 d	0,10 d	NS	---
		0,05-0,10 m						
9,52-4,00	0,13 c A	0,12 c	0,19 b B	0,17 c	0,20 c	0,15 d	NS	---
4,00-2,00	0,19 bc A	0,19 b	0,24 b A	0,23 b	0,26 b	0,27 c	y = 0,21 + 0,008x	0,70*
2,00-0,25	0,65 a A	0,62 a	0,64 a A	0,69 a	0,76 a	0,87 a	y = 0,62 + 0,03x	0,99*
0,25-0,053	0,26 b A	0,24 b	0,24 b A	0,27 b	0,28 b	0,41 b	y = 0,22 + 0,02x	0,93*
<0,053	0,05 d A	0,04 d	0,05 c A	0,05 d	0,07 d	0,10 e	y = 0,04 + 0,008x	0,99*
		0,10-0,20 m						
9,52-4,00	0,17 b A	0,19 b	0,21 b A	0,20 b	0,22 b	0,20 c	NS	---
4,00-2,00	0,23 b A	0,21 b	0,23 b A	0,24 b	0,28 b	0,30 b	y = 0,22 + 0,01x	0,92*
2,00-0,25	0,66 a A	0,61 a	0,64 a A	0,72 a	0,71 a	0,77 a	y = 0,64 + 0,02x	0,80*
0,25-0,053	0,22 b A	0,21 b	0,21 b A	0,24 b	0,23 b	0,33 b	y = 0,20 + 0,015x	0,88*
<0,053	0,04 c A	0,04 c	0,04 c A	0,04 c	0,04 c	0,06 d	NS	---

(1) AM = adubação mineral; (2) Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; (3) Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3); (4) Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

3.3 Relação C/N e grau de humificação da matéria orgânica (H_{FIL})

Os maiores valores da relação C/N da área de Campinas, para a camada 0-0,05 m, foram observados nos tratamentos com lodo de esgoto, principalmente na dose 2N, com destaque para as classes com diâmetro entre 9,52-4,00 e 4,00-2,00 mm, que apresentaram os maiores valores para este parâmetro (Tabela 11). No tratamento com adubo mineral e com a menor dose de lodo aplicada, os valores para as classes de agregados foram semelhantes.

No solo sem fracionamento, a dose 2N também se destacou, apresentando o maior valor para relação C/N e diferindo dose 1N e da AM (Tabela 11).

Na profundidade de 0,05-0,10 m, os macroagregados (9,52-4,00 e 4,00-2,00 mm) continuaram com os maiores valores em relação às demais classes de agregado nos tratamentos com doses do resíduo orgânico, apresentando valores superiores em relação ao tratamento com adubo mineral, porém sem diferença entre as duas doses aplicadas (Tabela 11). Na profundidade 0,10-0,20 m, os macroagregados também apresentaram os maiores valores para a relação C/N, porém a diferença é melhor evidenciada no tratamento com o dobro da dose de lodo aplicada (2N), ou seja, o efeito do lodo diminui com o aumento da profundidade e este também é dependente da dose do resíduo aplicada.

A maior relação C/N nos macroagregados em comparação com os microagregados era, de certa forma, esperada, uma vez que a matéria orgânica presente na estrutura de macroagregados compreende os resíduos orgânicos frescos ou em estágio inicial de decomposição (JASTROW, 1996; KUSHWAHA et al.; 2001; SIX, et al. 2002).

Além do aporte de material orgânico via lodo, a contribuição das plantas via sistema radicular e restos culturais também deve ter contribuído para as diferenças verificadas entre os tratamentos.

Para a área de Jaguariúna observa-se totalmente o oposto, em que os maiores valores de relação C/N foram verificados nos microagregados (Tabela 12). Na camada 0-0,05 m a classe de microagregados <0,053 mm apresentou o maior valor de relação C/N, igual a 13, independentemente do tratamento, diferindo das demais classes avaliadas. No entanto, na maior dose de lodo (8N) houve influência nos macroagregados, mais precisamente na classe com diâmetro de 4,00-2,00 mm, em que a relação C/N não diferiu das classes de microagregados.

Na camada 0,05-0,10 m, os valores da relação C/N, em geral, também foram maiores nos microagregados, com destaque para a classe 0,25-0,053 mm, com valores de C/N entre 12 e 13 (Tabela 12). Nessa mesma camada, verifica-se influência de todos os tratamentos nos macroagregados, principalmente as classes de 4,00-2,00 e de 2,00-0,25 mm, as quais não diferiram da menor classe de microagregados.

Tabela 11. Relação carbono/nitrogênio da matéria orgânica em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM ⁽¹⁾	1N ⁽²⁾	2N
mm	----- g kg ⁻¹ -----		
	0-0,05 m		
Solo	9,72 B ⁽³⁾	11,18 B	12,70 A
9,52-4,00	9,82 C a	11,53 B a	13,45 A a
4,00-2,00	10,51 C a	11,65 B a	13,23 A a
2,00-0,25	10,24 B a	11,18 AB a	12,25 A bc
0,25-0,053	9,91 B a	10,69 AB a	11,53 A c
<0,053	10,04 B a	11,08 AB a	11,65 A bc
	0,05-0,10 m		
Solo	10,12 B	11,39 A	11,53 A
9,52-4,00	9,60 B b	11,57 A ab	12,56 A a
4,00-2,00	10,61 B a	12,16 A a	12,40 A a
2,00-0,25	9,72 B b	10,60 A c	10,95 A b
0,25-0,053	9,42 B b	10,37 A c	10,55 A b
<0,053	9,86 B b	10,78 A bc	10,72 A b
	0,10-0,20 m		
Solo	10,33 B	12,71 A	12,77 A
9,52-4,00	11,45 A a	11,35 A a	9,91 B a
4,00-2,00	8,96 B b	10,69 A a	10,94 A a
2,00-0,25	9,39 A b	10,14 A a	10,60 A b
0,25-0,053	9,48 A b	10,53 A a	10,64 A b
<0,053	9,40 B b	11,38 A a	11,33 A b

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Tabela 12. Relação carbono/nitrogênio da matéria orgânica em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽³⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
Solo	11 A ⁽²⁾	11	11 A	11	12	12	NS	---
9,52-4,00	11 b A	11 b	11 cd A	11 bc	12 bc	12 b	y = 10,83 + 0,16x	0,96*
4,00-2,00	12 b A	11 b	12 b A	12 b	11 bc	12 ab	y = 11,51 + 0,07x	0,30*
2,00-0,25	10 c A	10 c	10 d A	10 c	11 c	11 c	y = 10,17 + 0,13x	0,70*
0,25-0,053	12 b A	11 b	12 bc A	12 b	12 b	12 ab	y = 11,28 + 0,13x	0,79*
<0,053	13 a A	13 a	13 a A	13 a	13 a	13 a	NS	---
		0,05-0,10 m						
Solo	10 A	10	7 A	9	10	9	NS	---
9,52-4,00	10 c A	10 c	9 c A	10 c	10 c	10 d	NS	---
4,00-2,00	10 bc A	10 bc	11 b A	11 b	12 b	12 b	y = 10,60 + 0,71x	0,82*
2,00-0,25	10 bc A	10 c	11 b A	11 bc	11 0 b	11 bc	y = 10,48 + 0,09x	0,57*
0,25-0,053	13 a A	12 a	12 a A	12 a	13 a	13 a	y = 12,07 + 0,13x	0,64*
<0,053	12 b A	11 ab	12 a A	11 b	11 b	11 c	y = 11,25 - 0,09x	0,61*
		0,10-0,20 m						
Solo	11 A	11	11	11	11	11	NS	---
9,52-4,00	11 a A	10 bc	10 b A	10 b	10 b	11 b	y = 10,09 + 0,07x	0,75*
4,00-2,00	10 a A	10 b	11 b A	10 b	11 b	11 b	NS	---
2,00-0,25	10 a A	9 c	10 b A	10 b	11 b	11 b	y = 9,62 + 0,25x	0,91*
0,25-0,053	12 a A	12 a	12 a A	13 a	13 a	13 a	y = 12,21 + 0,11x	0,46*
<0,053	12 a A	12 a	12 a A	12 a	13 a	13 a	NS	---

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3); ⁽³⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a TMN do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de N à cultura do milho; ⁽⁴⁾ Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

Dessa maneira, os maiores valores da relação C/N nas classes de menor diâmetro podem ser decorrentes dos maiores teores totais de C verificados para essas classes, corroborando com os resultados encontrados por PASSOS et al. (2007). Em relação à camada 0,10-0,20 m, as classes 0,25-0,053 e <0,053 mm não diferiram entre si, apresentando os maiores valores para a relação C/N nas doses avaliadas. Para o tratamento com adubação mineral não houve diferença entre as classes de agregado.

De modo geral, houve influência da aplicação das doses de lodo de esgoto nas classes de agregados. As classes de agregados do solo foram influenciadas pela aplicação do resíduo, em que os valores da relação C/N aumentaram linearmente com o aumento da dose aplicada na camada 0-0,05 m. Nessa mesma camada não houve efeito de doses no solo sem fracionar e na classe <0,053 mm (Tabela 12). Para a profundidade 0,05-0,10 m, a relação C/N nas classes de agregado, também aumentaram linearmente com o aumento das doses de lodo, exceto na menor classe (<0,053 mm), na qual houve redução da relação C/N em função das doses aplicadas. No solo e na maior classe de agregado, não houve efeito de dose. Com relação à profundidade 0,10-0,20 m, não houve efeito de dose no solo e classes entre 4,00-2,00 e <0,053 mm.

O grau de humificação (H_{FIL}) da matéria orgânica no solo e nas classes de agregado para o experimento de Campinas são mostrados na Tabela 13. Houve interação entre os tratamentos e as classes de agregados em estudo. Em relação aos tratamentos, verifica-se que o tratamento com adubo mineral (AM) apresentou o maior grau de humificação em comparação com os tratamentos com aplicação de lodo de esgoto, nas três profundidades avaliadas (Tabela 13). Como o tratamento 2N apresentou os maiores teores de C total (Tabela 3), provavelmente devido ao aporte de matéria orgânica fresca adicionada à superfície do solo via aplicação de lodo, pode ter ocorrido diluição da matéria orgânica mais estabilizada, resultando em teores mais altos de C no solo, e conseqüentemente, baixo grau de humificação da matéria orgânica.

Com relação às classes de agregado, verifica-se pequena diferença entre as mesmas para o tratamento AM, em que apenas a classe <0,053 mm se diferenciou das demais, apresentando o menor grau de humificação para as camadas mais superficiais 0-0,05 e 0,05-0,10 m (Tabela 13). Isso indica certa homogeneidade na matéria orgânica desse tratamento, o que é oposto ao verificado no solo com lodo, em que diferenças mais acentuadas entre as classes de agregado aparecem.

Nos tratamentos com lodo, as classes com diâmetro entre 2,00-0,25 e 0,25-0,053 mm apresentaram os maiores valores de H_{FIL} para as camadas 0-0,05 e 0,05-0,10 m, indicando efeito mais acentuado do resíduo nessas classes, quando comparado às demais. Já na camada 0,10-0,20 m, o efeito da aplicação da menor dose de lodo foi evidenciado apenas na classe com diâmetro de 2,00-0,25 mm, enquanto que a dose 2N afetou todas as classes de agregado, exceto a menor classe (<0,053 mm). Tal fato reforça o efeito conjunto da dose de lodo utilizada e da profundidade no perfil do solo. Neste sentido, a utilização de doses maiores ou o uso do resíduo por longo prazo, podem alterar os atributos relacionados à matéria orgânica medidos em maiores profundidades.

No experimento de Jaguariúna, os maiores valores do H_{FIL} foram verificados para o solo sem adição de adubo mineral ou lodo de esgoto (0N) para as três camadas (Tabela 14). Os maiores valores de H_{FIL} para o solo que não recebeu qualquer tipo de adubo deve ser função da menor ciclagem de C via aporte de material orgânico metabolizável pelos microrganismos, podendo levar a decomposição mais intensa da matéria orgânica do próprio solo (BAYER et al, 2002; GONZÁLEZ-PÉREZ et al, 2004; GONZÁLEZ-PÉREZ et al, 2007).

À semelhança do que foi verificado na área experimental de Campinas, houve diminuição do grau de humificação da matéria orgânica com a aplicação de lodo de esgoto. Pelas equações de regressão (Tabela 14) observa-se que o H_{FIL} diminuiu com o aumento das doses de lodo aplicadas ao solo nas profundidades avaliadas.

No que diz respeito às classes de agregado, verifica-se que a classe com diâmetro de 2,00-0,25 mm apresentou os maiores valores para o H_{FIL} , independentemente da aplicação do adubo mineral, das doses de lodo ou da ausência de adubos, e da camada avaliada. Os demais macroagregados (9,52-4,00 e 4,00-2,00 mm) aparecem logo em seguida, sendo influenciados de forma semelhante à classe 2,00-0,25 mm. A classe menos influenciada pelos tratamentos avaliados foi a classe de agregado <0,053 mm, cujos valores de H_{FIL} foram sempre os menores.

Tabela 13. Grau de humificação da matéria orgânica (H_{FIL}) em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico – Campinas (SP).

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
mm	0-0,05 m		
Solo	16.507 A	11.565 B	9.359 B
9,52-4,00	17.473 A a	9.132 B bc	4.515 C b
4,00-2,00	16.598 A a	8.192 B c	4.794 C b
2,00-0,25	16.609 A a	11.482 B ab	8.754 B a
0,25-0,053	16.671 A a	13.053 B a	10.560 B a
<0,053	12.216 A b	8.876 B bc	7.532 B ab
	0,05-0,10 m		
Solo	16.933 A	12.138 B	10.911 B
9,52-4,00	19.200 A a	10.456 B bc	5.904 C b
4,00-2,00	19.274 A a	9.591 B c	6.763 C b
2,00-0,25	17.975 A a	13.413 B a	11.153 C a
0,25-0,053	17.425 A a	12.799 B ab	11.118 B a
<0,053	13.948 A b	10.172 B c	8.023 C b
	0,10-0,20 m		
Solo	22.277 A	16.599 B	16.545 B
9,52-4,00	21.976 A a	15.804 B b	14.442 B ab
4,00-2,00	21.433 A a	15.244 B b	14.468 B ab
2,00-0,25	21.861 AB a	22.754 A a	17.083 B a
0,25-0,053	19.874 A a	15.576 AB b	14.254 B ab
<0,053	15.705 A a	11.525 A b	10.480 A b

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seu dobro 2, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 80 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

Tabela 14. Grau de humificação da matéria orgânica (H_{FIL}) em classes de agregado do solo até 0,20 m de profundidade em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) em Latossolo Vermelho distroférico – Jaguariúna (SP).

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Dose					Equação de regressão ⁽⁴⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
mm		g kg ⁻¹						
		0-0,05 m						
Solo	28.810 A ⁽³⁾	33.652	26.486 A	23.048	19.952	16.493	y = 29.518 - 1.864x	0,80*
9,52-4,00	28.253 b A	32.576 b	26.789 b A	25.774 b	21.440 b	15.396 bc	y = 30.295 - 1.967x	0,94*
4,00-2,00	29.065 b A	32.869 b	27.756 b A	24.361 b	21.299 b	16.186 ab	y = 30.213 - 1.906x	0,91*
2,00-0,25	38.656 a A	45.921 a	35.063 a B	33.081 a	26.255 a	20.328 a	y = 40.610 - 2.827x	0,86*
0,25-0,053	22.016 c A	26.514 c	20.351 c A	18.760 c	14.739 c	11.434 cd	y = 23.392 - 1.677x	0,85*
<0,053	13.013 d A	15.255 d	11.657 d A	10.787 d	8.841 d	7.317 d	y = 13.354 - 861x	0,81*
		0,05-0,10 m						
Solo	44721 A	49.895	39.985 A	37.764	30.613	25.673	y = 44.919 - 2.711x	0,85*
9,52-4,00	42.434 b A	46.921 b	40.396 b A	37.916 ab	31.085 b	25.302 b	y = 43.965 - 2.547x	0,93*
4,00-2,00	43.934 b A	46.894 b	36.760 b B	36.360 b	28.539 b	24.558 b	y = 42.065 - 2.481x	0,83
2,00-0,25	56.943 a A	61.852 a	47.123 a B	41.618 a	36.914 a	30.303 a	y = 53.536 - 3.325x	0,77*
0,25-0,053	30.124 c A	35.626 c	28.514 c A	25.144 c	20.432 c	16.917 c	y = 31.629 - 2.101x	0,84*
<0,053	18.017 d A	21.134 d	16.588 d A	15.316 d	13.054 d	10.723 d	y = 18.755 - 1.131x	0,83*
		0,10-0,20 m						
Solo	45.001 A	50.918	45.383 A	40.169	31.899	27.103	y = 47.815 - 2.907x	0,90*
9,52-4,00	41.663 b A	50.017 b	44.525 b A	39.236 ab	34.833 ab	29.214 b	y = 46.873 - 2.436x	0,90*
4,00-2,00	42.339 b A	47.593 b	41.731 b A	37.231 b	32.222 b	26.080 b	y = 44.535 - 2.521x	0,92*
2,00-0,25	53.152 a A	62.785 a	50.728 a A	44.183 a	38.686 a	36.471 a	y = 55.042 - 2.824x	0,71*
0,25-0,053	32.476 c A	37.072 c	31.213 c A	24.476 c	22.353 c	18.018 c	y = 33.052 - 2.142x	0,81*
<0,053	18.897 d A	20.141 d	18.779 d A	14.849 d	13.133 d	10.861 d	y = 18.957 - 1.135x	0,86*

⁽¹⁾ AM = adubação mineral; ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3); ⁽³⁾ Dose de lodo de esgoto recomendada e seus múltiplos 2, 4 e 8, considerando no cálculo a taxa de mineralização do nitrogênio do lodo de 30% e o fornecimento 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio à cultura do milho; ⁽⁴⁾ Modelo de regressão linear ajustado para efeito das doses de lodo de esgoto.

De maneira geral, nas duas áreas e para todos os tratamentos avaliados foi verificado aumento no H_{FIL} da matéria orgânica do solo com a profundidade, sendo que os menores valores do H_{FIL} foram encontrados nas camadas mais superficiais (0-0,05 e 0,05-0,10 m) (Tabelas 13 e 14). Assim, a matéria é mais recalcitrante na medida em que se aprofunda no perfil do solo.

O fato da humificação da matéria orgânica aumentar ao longo do perfil se deve à presença de restos culturais acumulados, preferencialmente, na superfície do solo e cujos incrementos em profundidade ocorrem a partir do material com algum grau de decomposição (GONZALEZ-PÉREZ et al. 2007).

Alguns trabalhos na literatura reportam o aumento do grau de humificação da matéria orgânica do solo com a profundidade (GONZALEZ-PÉREZ et al., 2007; MARTINS et al., 2011). No entanto, GONZALEZ-PÉREZ et al. (2006) avaliaram o efeito da aplicação de lodo de esgoto na qualidade da matéria orgânica no solo inteiro e em frações físicas de um Latossolo. Esses autores verificaram que a matéria orgânica no solo inteiro e nas frações físicas não foram influenciadas pela aplicação de lodo, inclusive para o grau de humificação da matéria orgânica do solo.

Ainda com relação às duas áreas avaliadas, observa-se que relação C/N também pode fornecer informações a respeito do grau de humificação da matéria orgânica do solo, uma vez que menores valores de relação C/N estão relacionados a maiores graus de humificação, estando ainda relacionada com a diminuição na taxa de decomposição do C (MARTINS et al., 2011). Os resultados obtidos aqui para o grau de humificação da matéria orgânica (Tabelas 13 e 14) estão coerentes com os valores obtidos para relação C/N (Tabelas 11 e 12), em que esses parâmetros se correlacionaram inversamente, ou seja, os tratamentos com menores valores de relação C/N apresentaram os maiores valores para o grau de humificação e vice-versa. Este comportamento pode ser observado nas Figuras 1 e 2.

Outros trabalhos também evidenciaram comportamento semelhante. MARTINETO et al. (1994) estudando o efeito do cultivo na matéria orgânica do solo por meio de ressonância paramagnética eletrônica, observaram que os níveis mais elevados de radicais livres do tipo semiquinonas correlacionavam-se com baixos valores da relação C/N, os quais estão associados ao elevado grau de humificação da matéria orgânica. MARTINS et al. (2011) também verificaram alta correlação entre a relação C/N e o grau de humificação ao avaliar a qualidade da matéria orgânica em Latossolo Vermelho distroférico no Paraná.

Os resultados aqui apresentados revelaram alterações no grau de humificação da matéria orgânica em função das aplicações sucessivas de lodo de esgoto, apesar dessas aplicações terem sido interrompidas por aproximadamente 2 e 4 anos nas áreas de Campinas e Jaguariúna, respectivamente.

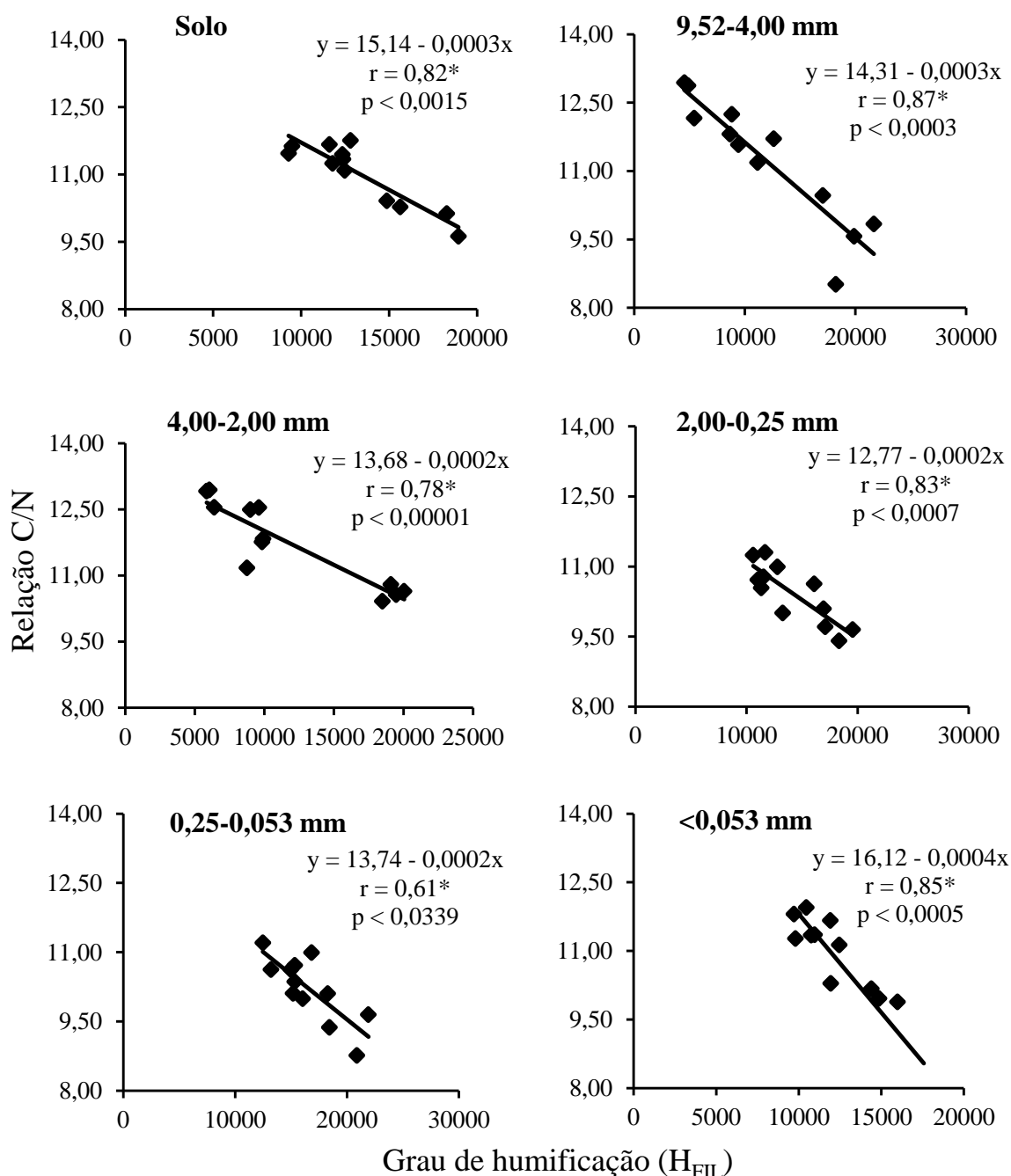


Figura 1. Correlação entre a relação C/N e o grau de humificação (H_{FIL}) em Latossolo Vermelho eutrófico, Campinas – SP.

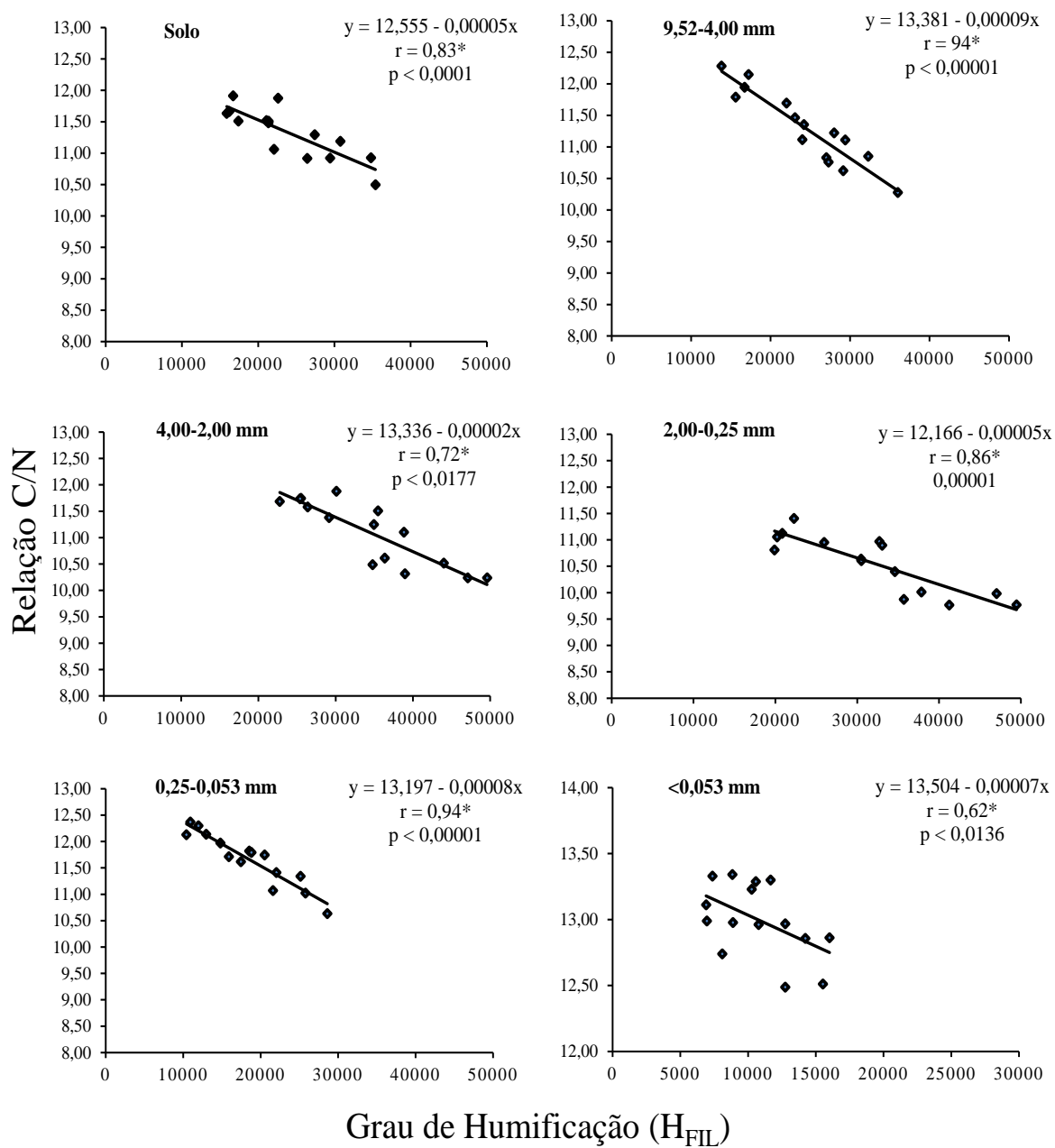


Figura 2. Correlação entre a relação C/N e o grau de humificação (H_{FIL}) em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna – SP.

4. CONCLUSÕES

- 1- A fertilização com lodo de esgoto aumentou os teores de carbono no solo e nas classes de agregados.
- 2- O aumento de carbono via aplicação de lodo de esgoto ocorreu principalmente nos macroagregados.
- 3- As aplicações de lodo ao solo promoveram aumento do conteúdo de matéria orgânica com estruturas menos aromáticas, ou seja, menos humificada.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSIS, R.L. De. & LANÇAS, K.P. Agregação de um nitossolo vermelho distroférico sob sistemas de plantio direto, preparo convencional e mata nativa. *Engenharia Agrícola*, v.30, p.58-66, 2010.

BARBOSA, G.M.C., TAVARES FILHO, J.; FONSECA, I.C.B. Condutividade hidráulica saturada e não saturada de Latossolo Vermelho eutroférico tratado com lodo de esgoto. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.28, p.403-407, 2004.

BEARE, M.H.; HENDRIX, P.F.; CABRERA, M.L.; COLEMAN, D.C. Aggregate-Protected and Unprotected Organic Matter Pools in Conventional- and No-Tillage Soils. *Soil Science Society of America Journal*, v.58, p.787-795, 1994.

BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; SAAB, S.C. Diminuição da humificação da matéria orgânica de um cambissolo húmico em plantio direto. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v.27, p.537-544, 2003.

BAYER, C.; MARTIN-NETO, L.; MIELNICZUK, J.; SAAB, S.C.; MILORI, D. M. B. P.; BAGNATO, V.S. Tillage and cropping system effects on soil humic acid characteristics as determined by electron spin resonance and fluorescence spectroscopies. *Geoderma*, v.105, p.81-92, 2002.

BETTIOL, W.; GHINI, R. Impacts of sewage sludge in topical soil: A case study in Brazil. *Applied and Environmental Soil Science*, v.2011, p.1-11, 2011.

BUENO, J.R.P; BERTON, R.S; SILVEIRA, A.P.D; MARCIO KOITI CHIBA, M.K.; ANDRADE, C.A. DE.; DE MARIA, I.C. Chemical and microbiological attributes of na oxisol treated with successive applications of sewage sludge. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 35, p. 1461-1470, 2011.

COSTA JUNIOR, C.; PICCOLO, M. C.; NETO, M. S.; CAMARGO, P. B.; CERRI, C. C.; BERNOUX, M. B. Carbono em agregados do solo sob vegetação nativa, pastagem e sistemas agrícolas no bioma cerrado. *Revista Brasileira de Ciência de Solo*, v.36, p.1311-1321, 2012.

DE MARIA, I.C.; KOCSSI, M.A.; DECHEN, S.C.F. Agregação do solo em área que recebeu lodo de esgoto. *Bragantia*, v.66, p.291-298, 2007.

ELLIOTT, E.T. Aggregate structure and carbon, nitrogen, and phosphorous in native and cultivated soils. *Soil Science Society of America Journal*, Madison, v.50, p.627-633, 1986.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. *Sistema brasileiro de classificação de solos*. 2.ed. Rio de Janeiro, 2006. 306p.

GALDOS, M.V.; DE MARIA, I.C.; CAMARGO, O.A. Atributos químicos e produção de milho em um latossolo vermelho eutroférico tratado com lodo de esgoto. **Revista brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, p.569-577, 2004.

GARCIA-ORENES F.; GUERRERO, C.; MATAIX-SOLERA J.; NAVARRO-PEDRENO J.; GOMEZ I, MATAIX-BENEYTO, J. Factors controlling the aggregate stability and bulk density in two different degraded soils amended with biosolids. **Soil & Tillage Research, Amsterdam**, v.82, p.65-76, 2005.

GONZÁLEZ-PEREZ, M.; MARTIN-NETO, L.; SAAB, S. C.; NOVOTNY, E. H.; MILORI, D. M. B. P.; BAGNATO, V. S.; COLNAGO, L. A.; MELO, W. J.; KNICKER, H. Characterization of humic acids from a Brazilian Oxisol under different tillage systems by EPR, ¹³C NMR, FTIR and fluorescence spectroscopy. **Geoderma**, v. 118, p.181-190, 2004.

GONZÁLEZ-PEREZ, M.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L. A.; MILORI, D. M. B. P.; CAMARGO, O.A.; BERTON, R.; BETTIOL, W. Characterization of humic acids extracted from sewage sludge-amended oxisols by electron paramagnetic resonance. **Soil & Tillage Research**, v.91, p.95-100, 2006.

GONZÁLEZ-PEREZ, M.; MILORI, D. M. B. P.; COLNAGO, L. A.; MARTIN-NETO, L.; MELO, W. J. A laser-induced fluorescence spectroscopic study of organic matter in a Brazilian Oxisol under different tillage systems. **Geoderma**, v.138, p.20-24, 2007.

GUERRINI, I.A., Bull, L.T. **Encontro sobre matéria orgânica do solo: problemas e soluções**. Botucatu, FCA/UNESP, 1992. 203p.

GUPTA, V.V.S.R. & GERMIDA, J.J. Distribution of microbial biomass and its activity in different soil aggregation size classes as affected by cultivation. **Soil Biology and Biochemistry**, v.20, p.777-786, 1988.

HICKMANN, C, & COSTA, L. M. da. Estoque de carbono no solo e agregados em Argissolo sob diferentes manejos de longa duração. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.16, p.1055-1061, 2012.

JHA, P.; GARG, N.; LAKARIA, B.L.; BISWAS, A.K.; RAO, A.S. Soil and residue carbono mineralization as affected by soil aggregate size. **Soil & Tillage Research**, v.121, p.57-62, 2012.

JASTROW, J. D.; MILLER, R. M. Soil aggregate stabilization and carbon sequestration: feedbacks through organo-mineral associations. In: LAL, R.; KIMBLE, J. M.; FOLLETT, R.F. STEWART, B. A. (Eds), **Soil Processes and the Carbon Cycle**. CRC Press, Boca Raton, 1996. p.207-223.

KOLBL, A. & KOGEL-KNABNER, I. Content and composition of free and occluded particulate organic matter in a differently textured arable Cambisol as revealed by solid-state C-13NMR spectroscopy. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v.167, p.45-53, 2004.

KUSHWAHA, C.P.; TRIPATHI, S.K.; SINGH, K.P. Soil organic matter and water-stable aggregates under different tillage and residue conditions in tropical dryland agroecosystem. **Applied Soil Ecology**, v.16, p.129-241, 2001.

LACERDA, N.B.; ZERO, V.M.; BARILLI, J.; MORAES, M.H.; BICUDO, S.J. Efeito de sistemas de manejo na estabilidade de agregados em um Nitossolo Vermelho. **Engenharia Agrícola**, v.25, p.686-695, 2005.

LOSS, A., PEREIRA, M. G.; GIÁCOMO, S. G.; PERIN, A., & ANJOS, L. H. C. dos. Agregação, carbono e nitrogênio em agregados do solo sob plantio direto com integração lavoura-pecuária. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.46, n.10, p.1269-1276, 2011.

MARTIN-NETO, L.; ANDRIULO, A.E.; TRAGHETA, D.G. Effects of cultivation on ESR spectrum of organic matter from soil size fractions of a mollisol. **Soil Science**, v.157, p.365-372, 1994.

MARTINS, T.; SAAB, S.C; MILORI, D.M.B.P.; BRINATTI, A.M.; ROSA, J.A.; F.A.M. CASSARO, F.A.M.; PIRES, L.F. Soil organic matter humification under different tillage managements evaluated by Laser Induced Fluorescence (LIF) and C/N ratio. **Soil & Tillage Research**, v.111, p.231–235, 2011.

MILORI, D. M. B. P.; GALETI, H. V. A.; MARTIN-NETO, L.; DIECKNOW, J.; GONZÁLEZ-PEREZ, M.; BAYER, C.; SALTON, J. Organic matter study of whole soil samples using laser-induced fluorescence spectroscopy. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.70, p.57-63, 2006.

OADES, J.M. Soil organic-matter and structural stability – mechanisms and implications for management. **Plant Soil**, v.76, p.319-337, 1984.

ROSCOE, R.; BUURMAN, P.; van LAGEN, B.; VELTHORST, E. Transformations in occluded light fraction organic matter in a clayey Oxisol; Evidence from ¹³C CP MASNMR and delta ¹³C signature. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.28, p.811-818, 2004.

SIX, J.; Elliott, E.T.; Paustian, K.; Doran, J.W. Aggregation and Soil Organic Matter Accumulation in Cultivated and Native Grassland Soils. **Soil Science Society America of Journal**, v.62, p.1367-1377, 1998.

SIX, J.; SCHULTZ, P.A.; JASTROW, J.D.; MERCKX, R. Recycling of sodium polytungstate used in soil organic matter studies. **Soil Biology and Biochemistry**, v.31, p.1193-1196, 1999.

SIX, J.; PAUSTIAN, K.; ELLIOTT, E.T. & COMBRINK, C. Soil structure and soil organic matter: I. Distribution of aggregate size classes and aggregate associated carbon. **Soil Science Society America of Journal**, v. 64, p.681-689, 2000.

SIX, J., FELLER, C., DENEFF, K., OGLE, S.M., SA, J.C.D., ALBRECHT, A. Soil organic matter, biota and aggregation in temperate and tropical soils-effect of no-tillage. **Agronomie**, v. 22, p.755–775, 2002.

SOLLINS, P.; HOMANN, P.; CALDWELL, B.A. Stabilization and destabilization of soil organic matter: Mechanisms and controls. **Geoderma**, v.74, p.65 -105, 1996.

SOUZA, Z. M.; BEUTLER, A.N.; MELO, V.P.; MELO, W.J. Estabilidade de agregados e resistência à penetração em Latossolos adubados por cinco anos com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.29, p.117-123, 2005.

TISDALL, J.M.; OADES, J.M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of Soil Science**, v.33, p.141–163, 1982.

ZINN, Y.L.; LAL, R.; BIGHAM, J.M. & RESCK, D.V. Edaphic controls on soil organic carbon retention in the Brazilian cerrado: Soil structure. **Soil Science Society of America Journal**, v.71, p.1215-1224, 2007.

ZOTARELLI, L.; ALVES, B.J.R.; URQUIAGA, S.; TORRES, E.; DOS SANTOS, H.P.; PAUSTIAN, K.; BODDEY, R.M.; SIX, J. Impact of tillage and crop rotation on aggregate-associated carbon in two oxisols. **Soil Science Society of America Journal**, v.69, p.482-491, 2005.

CAPÍTULO IV

Estabilidade do carbono orgânico em agregados e proteção física da matéria orgânica em solos tratados com lodo de esgoto

RESUMO

O uso adequado de lodo de esgoto como fertilizante pode incrementar os teores de matéria orgânica do solo. No entanto, a utilização de lodo pode alterar a quantidade e estabilidade da matéria orgânica em agregados do solo. Objetivou-se avaliar o efeito da aplicação sucessiva de lodo de esgoto na proteção física da matéria orgânica em classes de agregado do solo em duas áreas experimentais de longo prazo. As avaliações foram realizadas em amostras indeformadas do solo das camadas 0-0,05; 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m coletadas de duas áreas experimentais, sendo uma após sete aplicações de lodo e a outra após doze aplicações. As doses de lodo variaram entre 7 e 80 t ha⁻¹ ano⁻¹, de forma a fornecer desde a quantidade de N recomendada para a cultura do milho até 8 vezes esse valor. As amostras foram separadas em solo sem fracionar e classes de agregado (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm. A proteção física da matéria orgânica foi avaliada por meio de experimento de degradação em amostras intactas e moídas das classes de agregado pelo método de respirometria. Determinaram-se o carbono potencialmente mineralizável, a taxa e a velocidade de degradação da matéria orgânica. Os maiores teores de carbono potencialmente mineralizável foram verificados na menor classe de agregado (<0,053 mm) em todos os tratamentos avaliados nas duas áreas, implicando em que a matéria orgânica presente nessa classe é menos humificada. A moagem das amostras em tamanho menor que 0,150 mm, possibilitou aumento de carbono potencialmente mineralizável em todas as amostras. No entanto, o maior incremento de carbono potencialmente mineralizável foi verificado nos macroagregados. A quantidade de carbono fisicamente protegida no experimento de Campinas foi 0,8; 1,7 e 1,1% para os tratamentos AM, 1N 2N, respectivamente, com destaque para a classe 9,52-4,00 mm, que apresentaram as maiores porcentagens de carbono fisicamente protegido, com valores variando de 0,9 a 2,1%. No experimento em Jaguariúna, os maiores valores percentuais foram verificados nos macroagregados, variando de 0,6 a 1,1%. A classe 0,25-0,053 mm apresentou os menores valores de carbono fisicamente protegido nas duas áreas, em que os valores variaram de 0,2 a 0,5%. A proteção física nos agregados foi pouco relevante para o aumento dos teores de carbono no solo com aplicação de lodo de esgoto.

Palavras-chave: biossólido, agregação, carbono mineralizável, carbono fisicamente protegido.

Stability of organic carbon in aggregates and physical protection of organic matter in soils treated with sewage sludge

ABSTRACT

Agricultural recycling of sewage sludge can increase soil organic matter and can improve soil properties. Moreover, the utilization of this residue can change the quality and stability of soil organic matter. The objective of this study was to evaluate the effect of successive application of sewage sludge on the physical protection of organic matter in soil aggregate classes in two long-term experimental areas. The evaluations were made in soil samples of 0-0.05; 0.05-0.10; 0.10-0.20 and 0.20-0.40 m soil layers collected in two experimental areas, one after seven sludge applications and the other after twelve applications. The sludge doses ranged between 7 and 80 t ha⁻¹ yr⁻¹, in order to provide from the amount of N requirement for corn up to 8 times that amount. These samples were separated in bulk soil and aggregate classes (from 9.52 to 4.00; 4.00 to 2.00; 2.00 to 0.25; 0.25 to 0.053 and <0.053 mm). Physical protection of organic matter was assessed by degradation experiments in intact and loosed samples of aggregate classes by respirometry method. The carbon mineralization potential, the rate and velocity of degradation of organic matter were quantified. The highest mineralization potential carbon content were observed in the lower size class (<0.053 mm) in all treatments evaluated in both areas, implying that the organic matter present in this class is less recalcitrant. The grinding of the samples, in a size smaller than 0.150 mm, significantly increased carbon mineralization potential in all samples. However, the largest increase in carbon mineralization potential was observed in macroaggregates. The amount of physically protected carbon in the experiment of Campinas was 0.8; 1.7 and 1.1% for AM, 2N, and 1N treatments, respectively, highlighting the 9.52 to 4.00 mm class, with the highest percentages of physically protected carbon, with values ranging from 0.9 to 2.1%. In the experiment in Jaguariuna, the larger percentages were higher in macroaggregates, ranging from 0.6 to 1.1%. The 0.25-0.053 mm class had the lowest carbon values physically protected in both areas, in which the values ranged from 0.2 to 0.5%. Physical protection in aggregates was of little relevance to increasing carbon levels in the soil with application of sewage sludge.

Keywords: Biosolids, aggregation, carbon mineralization, physically protected carbon.

1. INTRODUÇÃO

Lodos de esgoto são predominantemente orgânicos com 30 a 40% de carbono (C) na massa seca (COLODRO & ESPÍNDOLA, 2006) e sua disposição em solos agrícolas pode alterar a dinâmica do C no sistema, conduzindo a incrementos nos estoques deste elemento (PITOMBO, 2011).

O sequestro de C no solo implica na estabilização da matéria orgânica do solo (MOS), cujos principais mecanismos são: a interação com os minerais do solo, também conhecida como estabilização química, a recalcitrância bioquímica e a proteção física em agregados do solo (JASTROW & MILLER, 1998; STEVENSON, 1994; CHISTENSEN, 2001; SIX et al., 2002).

A estabilidade por interação com os minerais do solo ou estabilização química da matéria orgânica (MO) é resultado de ligações químicas e físico-químicas entre substâncias orgânicas e inorgânicas, que diminuem as taxas de degradação das moléculas orgânicas devido à complexação dos grupos funcionais e mudanças na conformação molecular – formando complexos organo-minerais (GUGGENBERGER & KAISER, 2003). Dentre os compostos orgânicos presentes no solo, são as substâncias húmicas e os polissacarídeos, com seus grupos funcionais, que interagem com a fração mineral (NEWMAN & HAYES, 1990).

A recalcitrância bioquímica da MOS é decorrente da própria composição química das estruturas moleculares dos compostos orgânicos (composição elementar e grupos funcionais). Esse tipo de estabilização é atribuída a recalcitrância de compostos orgânicos (DIECKOW et al., 2009), como ligninas e polifenóis, os quais são preservados pela decomposição seletiva dos microrganismos (STEVENSON, 1994), ou ainda a moléculas sintetizadas por polimerização e condensação no processo de decomposição dos resíduos (SOLLINS et al., 1996; SIX et al., 2002).

A proteção física da matéria orgânica do solo é considerada o principal mecanismo de estabilização do C em sistemas conservacionistas de agricultura em regiões com clima temperado (FABRIZZI et al., 2009), embora possa desempenhar papel importante em solos agrícolas de regiões tropicais e subtropicais (BAYER et al., 2000; DIECKOW et al., 2005; CONCEIÇÃO et al., 2008).

CONCEIÇÃO et al. (2008) verificaram que a proteção física foi responsável por 54 e 23% do total de C acumulado em Argissolo e Latossolo Vermelho, respectivamente,

demonstrando que este mecanismo é importante para o acúmulo da matéria orgânica em solos sob plantio direto e pastagem.

NICOLOSO (2009) observou em um Latossolo, que mais de 90% do C acumulado em macroagregados sob plantio direto teve alta estabilidade por ocorrer em frações estabilizadas por recalcitrância bioquímica, interação organo-mineral ou C protegido intra-microagregados, enquanto em um Chernossolo, cerca de 78 % do acúmulo de C ocorreu nos microagregados.

Para solos tratados com lodo de esgoto especificamente são poucas as informações sobre proteção física da matéria orgânica em agregados do solo (DOMINGUES, 2013), uma vez que a maioria dos trabalhos têm abordado a agregação e o teor de carbono, mas não evidenciam suas relações com a estabilidade no interior de agregados do solo (SOUZA et al., 2005; DE MARIA et al., 2007).

Nesse contexto, o objetivo do presente trabalho foi avaliar a estabilidade do carbono em agregados de Latossolos tratados com lodo de esgoto em longo prazo, bem como o papel da proteção física nesse processo.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Para a condução deste trabalho foram utilizadas amostras de solo coletadas de duas áreas experimentais: uma localizada em Campinas-SP (latitude 22°54' S, longitude 47°3' W e altitude de 600 m) e outra em Jaguariúna-SP (latitude 22°41' S, longitude 47° W e altitude de 570 m).

No experimento de Campinas o solo foi classificado como Latossolo Vermelho eutroférico de textura argilosa (58% de argila) (EMBRAPA, 2006). O lodo utilizado foi proveniente da estação de tratamento de esgoto (ETE) de Jundiá-SP. A primeira aplicação foi realizada em dezembro de 2001 e as demais anualmente até 2007, entre os meses de novembro e dezembro de cada ano. A aplicação do lodo foi em área total com posterior incorporação na camada de 0-20 cm com enxada.

O delineamento experimental foi o inteiramente casualizado, com quatro repetições e três tratamentos constituídos por adubação mineral (AM) e duas doses de lodo de esgoto (1N e 2N). As doses de lodo foram definidas considerando-se a quantidade de 120 kg ha⁻¹ de nitrogênio (N) recomendada para a cultura do milho

(RAIJ et al., 1996), o teor de N no lodo e a taxa de mineralização do N (TMN) de 30% (CETESB, 1999; CONAMA, 2006), sendo 1N a dose recomendada e 2N o dobro da dose recomendada para a cultura.

O solo da área experimental de Jaguariúna, classificado como Latossolo Vermelho distroférico, textura argilosa (45% de argila) (EMPRAPA, 2006), foi utilizado o lodo de esgoto proveniente da ETE de Franca, SP. Nessa área, o lodo foi distribuído em área total e incorporado com enxada rotativa na camada 0-0,20 m.

O lodo proveniente da ETE Franca foi aplicado inicialmente em 1999, em que foram realizadas duas aplicações. A partir de 2000, as aplicações foram feitas anualmente entre os meses de outubro e dezembro, até o ano de 2009, totalizando 12 aplicações nessa área.

O delineamento experimental foi em blocos ao caso com três repetições em que foram avaliados cinco tratamentos: adubação mineral (AM), 0N (controle), 1N, 2N, 4N e 8N (dose recomendada, 2, 4 e 8 vezes a dose recomendada, respectivamente). As doses de lodo foram definidas seguindo-se os mesmos critérios descritos para a área anterior.

Em ambas as áreas experimentais, a fertilização mineral nas parcelas do tratamento AM também contemplou a aplicação de P e K, conforme recomendação para a cultura do milho e em função dos teores desses nutrientes no solo (RAIJ et al., 1996). Nas parcelas com lodo de esgoto, somente houve complementação com K via KCl para balanceamento com relação ao tratamento AM.

Outros detalhes sobre a implantação do experimento em Campinas, fase inicial de condução e resultados gerados em pesquisas anteriores podem ser encontrados em BUENO et al. (2011) e para a área de Jaguariúna em BETTIOL & GHINI (2011). A amostragem dos solos foi realizada em novembro/dezembro de 2011 e o procedimento envolveu a abertura de 3 minitrincheiras em cada parcela, a partir das quais foram coletados blocos inteiros de solo até 0,20 m de profundidade, nas camadas 0-0,05; 0,5-0,10 e 0,10-0,20 m.

Após a coleta, as amostras foram secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira com malha de 9,52 mm de abertura, constituindo o solo sem fracionar. Em seguida, pesaram-se 6 kg desse solo (<9,52 mm) para fracionamento em classes de agregado pelo método de peneiramento a seco, no qual um conjunto de peneiras, com malhas de 4,00; 2,00; 0,25 e 0,053 mm, foi colocado em agitador vibratório, com

frequência de 60 Hz por 15 minutos. Após o fracionamento físico para separação das classes de agregado, quantificou-se a massa de cada classe (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm).

As amostras sem fracionar e de agregados (9,52-4,00; 4,00-2,00; 2,00-0,250; 0,25-0,053 e <0,053 mm) foram homogeneizadas, sendo as raízes e materiais orgânicos retirados com auxílio de um tubo de PVC energizado. As amostras foram moídas em almofariz e passadas em peneiras de 0,150 mm de abertura de malha (100 mesh).

Para avaliar o efeito da proteção física dos agregados na degradação da matéria orgânica, foram incubadas amostras intactas e as correspondentes moídas a 100 mesh. A classe de agregado <0,053 mm foi incubada apenas na condição intacta, uma vez que esta classe possui diâmetro menor que 0,150 mm.

Para o experimento de incubação, amostras de 50 g foram acondicionadas em frascos de vidro de 1L, hermeticamente fechados, com umidade mantida a 70% da capacidade de retenção de água e incubadas em sala climatizada (escuro e a $28 \pm 1^\circ \text{C}$) do Laboratório de Química do Solo e Água, Embrapa Meio Ambiente.

A degradação do carbono orgânico foi feita de acordo com o método de respirometria recomendado pela Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental CETESB, Norma Técnica P4.230 (CETESB, 1999), com captura do C-CO₂ emanado utilizando solução padronizada de NaOH de 0,075 mol L⁻¹. Os frascos foram abertos periodicamente para a troca da solução da NaOH contida no interior dos mesmos e aquela retirada foi encaminhada para quantificação do CO₂ por meio de leitura da condutividade elétrica (RODELLA & SABOYA, 1999), conforme descrito em COSCIONE & ANDRADE (2006).

O experimento de incubação foi conduzido até a estabilidade das emissões de CO₂, a qual foi atingida no 40º dia. Os valores de CO₂ liberado foram acumulados e ajustados a equação de cinética química de primeira ordem:

$$\text{C-degradado} = C_0 * (1 - e^{-k.t})$$

Em que:

C-degradado = quantidade de carbono (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t;

C₀ = carbono potencialmente mineralizável (mg kg⁻¹) em 40 dias de incubação;

k = constante de velocidade da reação de degradação do carbono orgânico (dia⁻¹); e

t = tempo de incubação em dias.

A taxa de degradação foi calculada pela fórmula: $\frac{C_0}{COT} * 100$, em que C_0 é o carbono potencialmente mineralizável e COT, o carbono orgânico total.

O carbono fisicamente protegido foi calculado pela fórmula: $C_{fisicamente\ protegido} (mg\ kg^{-1}) = C_{0moído} - C_{0intacto}$, onde $C_{0moído}$ é o carbono potencialmente mineralizável obtido nas amostras moídas; $C_{0intacto}$ é o carbono potencialmente mineralizável nas amostras intactas.

A porcentagem do carbono fisicamente protegido calculou-se pela fórmula:

$$\%C_{fisicamente\ protegido} = \frac{C_{fisicamente\ protegido}}{COT} * 100.$$

O tratamento estatístico dos resultados foi por meio de análise de variância considerando-se como fatores de variação as doses de lodo de esgoto, um tratamento adicional com fertilizante mineral, e classes de agregado quando pertinente. No caso de efeito significativo de pelo menos um dos fatores de variação de interesse, aplicou-se teste de Tukey 5% para comparação das médias e regressão para as doses de lodo no experimento de Jaguariúna.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No experimento de Campinas, de modo geral, os tratamentos com aplicação de lodo de esgoto (1N e 2N) apresentaram os maiores teores de carbono potencialmente mineralizável (C_0), independentemente da classe de agregado e da condição (intacto e moído), quando comparados ao tratamento com adubação mineral (AM), nas camadas 0-0,05 e 0,05-0,10 m (Tabelas 1 e 2).

Na profundidade 0,10-0,20 m (Tabela 3), a influência da aplicação de lodo de esgoto começa a reduzir, principalmente para as amostras intactas. Nesta condição, verifica-se que houve diferença entre os tratamentos para o solo sem fracionar e para os microagregados (0,25-0,053 e <0,053 mm), com destaque para a dose 1N, que proporcionou os maiores teores de C_0 . Para o solo e menor classe de agregado (<0,053 mm), a diferença entre os tratamentos com adubo mineral e dose 2N não foi significativa (Tabela 3). Ao moer as amostras, observaram-se novamente diferenças entre a aplicação do adubo mineral e doses de lodo, exceto para a classe 2,00-0,25 mm, em que os teores de C_0 foram semelhantes para os tratamentos (Tabela 3).

A diferença entre a degradação do carbono em amostras intactas e moídas possibilita melhor entendimento sobre a proteção física da matéria orgânica do solo ao ataque microbiano, uma vez que o rompimento dos agregados (moagem) aumenta a acessibilidade dos microrganismos ao substrato orgânico e, conseqüentemente, aumenta a liberação de C-CO₂ (EDWARDS & BREMNER, 1967).

De modo geral, o aumento da dose aplicada (2N) incrementou o C₀ nos macroagregados moídos, principalmente nas maiores classes (9,52-4,00 e 4,00-2,00 mm). Para o solo original e menores classes de agregado (2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm), observa-se aumento do C₀ com a aplicação da dose 1N e redução deste parâmetro, quando se dobra a dose de lodo aplicada (2N). Dessa maneira, pode-se inferir que o incremento nos teores de C₀ com a maior dose de lodo aplicada ao solo diminuíram com a redução do diâmetro dos agregados neste experimento. Além disso, a aplicação da maior dose de lodo aumenta a proteção do carbono nos macroagregados em relação aos microagregados, em especial nas camadas mais superficiais (0-0,05 e 0,05-0,10 m).

Ao analisar o C₀ entre as classes de agregado na camada 0-0,05 m (Tabela 1), observa-se que os microagregados (0,25-0,053 e <0,053 mm) intactos apresentaram os maiores teores em relação ao solo e às demais classes. No entanto, ao avaliar os teores de C₀ após a moagem das amostras, a classe 0,25-0,053 mm não apresenta o mesmo comportamento, uma vez que os maiores teores de C₀ foram observados nos macroagregados e no solo (Tabela 1), ou seja, os microagregados perdem relevância, uma vez que os macroagregados ao serem moídos, liberaram mais C-CO₂. Ressalta-se ainda que os teores de C₀ liberados pela classe 0,25-0,053 mm após moagem não foram significativamente superiores em relação aos liberados quando esta classe permaneceu intacta (Tabela 1). Esse comportamento evidencia que a proteção física para esta classe é praticamente nula. É importante lembrar que a classe <0,053 mm foi analisada separadamente das demais classes por não possuir amostras correspondentes moídas.

Tabela 1. Carbono potencialmente mineralizável (C_0) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições de amostra intacta e moída em Latossolo Vermelho eutrófico, Campinas-SP, camada 0-0,05 m.

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
----- $C_0^{(1)}$ mg kg ⁻¹ -----			
----- <i>Intacto</i> -----			
mm			
Solo	333,11 B ⁽²⁾ ns	733,65 A *	719,48 A *
Macroagregados			
9,52-4,00	193,23 B a ns	394,35 AB b *	520,45 A a *
4,00-2,00	182,36 B a ns	380,40 AB b *	570,54 A a *
2,00-0,25	322,28 B a ns	761,58 A a *	738,55 A a *
Microagregados			
0,25-0,053	376,85 B a ns	943,06 A a ns	766,52 A a ns
<0,053 ⁽³⁾	617,88 B	1.470,58 A	1.326,55 A
----- <i>Moído</i> -----			
Solo	448,39 B	1.138,19 A	1.092,44 A
Macroagregados			
9,52-4,00	315,69 C a	1.034,87 B a	1.477,95 A a
4,00-2,00	358,55 B a	1.054,61 A a	1.294,58 A a
2,00-0,25	485,61 B a	1.144,35 A a	1.303,44 A a
Microagregados			
0,25-0,053	436,05 B a	975,41 A a	841,60 A b
<0,053	---	---	---

⁽¹⁾ C_0 obtido pela equação: $C\text{-degradado} = C_0 * (1 - e^{-kt})$, em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ns Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 2. Carbono potencialmente mineralizável (C_0) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições intacta e moída para Latossolo Vermelho eutrófico, Campinas-SP, camada 0,05-0,10 m.

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
	----- $C_0^{(1)}$ mg kg ⁻¹ -----		
mm	----- <i>Intacto</i> -----		
Solo	307,94 B ⁽²⁾ ns	646,50 A *	578,23 A *
Macroagregados			
9,52-4,00	205,90 C a ^{ns}	492,37 B b *	714,98 A a *
4,00-2,00	200,78 B a ^{ns}	531,50 A b *	669,90 A ab *
2,00-0,25	233,01 B a ^{ns}	552,90 A b *	450,28 A b *
Microagregados			
0,25-0,053	302,43 B a ^{ns}	915,68 A a ^{ns}	722,81 A a ^{ns}
<0,053 ⁽³⁾	635,01 C	1.777,29 A	1.437,49 B
	----- <i>Moído</i> -----		
Solo	401,93 C	914,64 A	730,43 B
Macroagregados			
9,52-4,00	270,89 C a	940,21 B a	1.288,21 A a
4,00-2,00	289,97 B a	1010,75 A a	1.103,13 A a
2,00-0,25	413,87 C a	1.001,27 A a	770,05 B b
Microagregados			
0,25-0,053	371,56 C a	1.014,53 A a	765,84 B b
<0,053	---	---	---

⁽¹⁾ C_0 obtido pela equação: $C\text{-degradado} = C_0 * (1 - e^{-kt})$, em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Na camada 0,05-0,10 m, de modo semelhante à camada 0-0,05 m, os microagregados apresentaram maior teor de C_0 em condição intacta (Tabela 2). No entanto, na dose 2N não houve diferença significativa entre macroagregados (9,52-4,00 e 4,00-2,00 mm) e microagregados (0,25-0,053 mm), indicando que a maior dose aplicada incrementou os teores de C_0 de forma semelhante nessas classes. Para as amostras moídas, novamente os agregados com menores diâmetros apresentaram os menores teores de C_0 em relação aos agregados maiores, principalmente na dose 2N (Tabela 2).

Para a camada 0,10-0,20 m, os maiores teores de C_0 foram observados na classe <0,053 mm. Neste experimento, verifica-se que a aplicação da maior dose (2N) ainda está

incrementando os teores de C_0 nos macroagregados (4,00-2,00 mm) uma vez que os teores obtidos nessa classe não diferiram estatisticamente dos maiores teores verificados na classe 0,25-0,053 mm (Tabela 3), no entanto, a menor classe (<0,053 mm) ainda detém os maiores teores de C_0 em relação ao solo e às demais classes. Nessa profundidade (0,10-0,20 m), as amostras moídas não apresentaram diferenças significativas entre as classes de agregados para os três tratamentos (Tabela 3).

Tabela 3. Carbono potencialmente mineralizável (C_0) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições intacta e moída em Latossolo Vermelho eutroférico, Campinas-SP, camada 0,10-0,20 m.

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
	----- $C_0^{(1)}$ mg kg ⁻¹ -----		
mm	----- <i>Intacto</i> -----		
Solo	253,75 B ⁽²⁾ ns	377,25A *	325,92 AB *
Macroagregados			
9,52-4,00	206,50 A a ns	334,14 A a *	258,26 A b *
4,00-2,00	217,77 A a ns	370,93 A a *	319,24 A ab *
2,00-0,25	246,56 A a ns	364,57 A a *	303,50 A b *
Microagregados			
0,25-0,053	293,75 B a ns	506,38 A a ns	513,41 A a ns
<0,053 ⁽³⁾	536,99 B	1.128,85 A	941,58 AB
	----- <i>Moído</i> -----		
Solo	377,56 B	528,60 AB	536,68 A
Macroagregados			
9,52-4,00	327,98 B a	543,30 A a	634,26 A a
4,00-2,00	350,07 B a	560,90 A a	594,90 A a
2,00 - 0,25	389,14 A a	576,18 A a	565,72 A a
Microagregados			
0,25-0,053	359,46 B a	600,22 A a	559,22 A a
<0,053	---	---	---

⁽¹⁾ C_0 obtido pela equação: $C\text{-degradado} = C_0 * (1 - e^{-kt})$, em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ns Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 4. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho eutroférico, Campinas-SP, camada 0-0,05 m.

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
----- % -----			
----- <i>Intacto</i> -----			
Solo	2,20 A ⁽¹⁾ *	3,02 A *	2,23 A *
Macroagregados			
9,52-4,00	1,36 A b *	1,37 A c *	0,93 A b *
4,00-2,00	1,24 A b *	1,17 A c *	1,07 A b *
2,00-0,25	2,14 B ab *	3,12 A b *	2,43 AB a *
Microagregados			
0,25-0,053	2,54 B a ^{ns}	4,52 A a ^{ns}	3,05 B a ^{ns}
<0,053 ⁽²⁾	3,03 B	5,10 A	3,88 AB
----- <i>Moído</i> -----			
Solo	2,96 B	4,69 A	3,37 B
Macroagregados			
9,52-4,00	2,24 B b	3,54 A b	2,63 B b
4,00-2,00	2,44 A ab	3,22 A b	2,47 A b
2,00-0,25	3,23 B a	4,71 A a	4,30 A a
Microagregados			
0,25-0,053	2,95 B ab	4,68 A a	3,35 B b
<0,053	---	---	---

⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽²⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Nesta área, independentemente da aplicação de adubo mineral ou lodo de esgoto, a moagem dos agregados em partículas menores que 0,150 mm aumentou significativamente o reservatório do C₀ no solo e nos macroagregados (>0,25 mm) nas três camadas analisadas (Tabelas 1, 2 e 3). Os valores de C₀ dos agregados moídos da camada 0-0,05 m nos tratamentos com lodo de esgoto foram em média 54, 173, 154 e 63% superiores em comparação às amostras intactas, respectivamente para o solo e classes com diâmetro entre 9,52-4,00; 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm. Na camada 0,05-0,10 m, para o solo e essas mesmas classes, o aumento de C₀ quando moído foi de 34, 86, 78 e 76%. Já na camada 0,10-0,20

m, os aumentos de C_0 nas amostras moídas em relação às intactas foram da ordem de 53, 105, 69 e 72% para o solo e classes entre 9,52-4,00; 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm.

Quanto às taxas de degradação do carbono no solo e nos agregados, verificam-se maiores valores para os tratamentos com lodo de esgoto, considerando as camadas 0-0,05 e 0,05-0,10 m, principalmente para os agregados com menor diâmetro (Tabelas 4 e 5). A taxa de degradação diferiu entre os tratamentos para as classes 2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm, em que a dose 1N, em geral, incrementou significativamente os valores em comparação ao AM e/ou 2N (Tabelas 4 e 5).

Tabela 5. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho eutroférico, Campinas – SP, camada 0,05-0,10 m.

Classes de Agregado	Tratamentos		
	AM	1N	2N
	----- % -----		
mm	----- <i>Intacto</i> -----		
Solo	2,18 A ⁽¹⁾ *	3,13 A *	2,44 A ^{ns}
Macroagregados			
9,52-4,00	1,63 A a ^{ns}	2,07 A bc *	1,64 A b *
4,00-2,00	1,53 A a *	1,95 A c *	1,69 A b *
2,00-0,25	1,63 B a *	2,71 A b *	1,84 B b *
Microagregados			
0,25-0,053	2,10 B a ^{ns}	4,44 A a ^{ns}	2,90 B a ^{ns}
<0,053 ⁽²⁾	3,31 B	6,43 A	4,12 B
	----- <i>Moído</i> -----		
Solo	3,21 B	4,44 A	2,93 B
Macroagregados			
9,52-4,00	2,15 C b	3,97 A b	2,87 B a
4,00-2,00	2,21 B b	3,71 A b	2,76 B a
2,00-0,25	3,02 B a	4,90 A a	3,14 B a
Microagregados			
0,25-0,053	2,51 B ab	4,92 A a	3,10 B a
<0,053	---	---	---

⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽²⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Para a camada 0,10-0,20 m, não houve efeito dos tratamentos para a taxa de degradação do carbono. Em relação às amostras intactas, as classes 0,25-0,053 e <0,053 mm apresentaram as maiores taxas de degradação, enquanto nas amostras moídas, não houve diferença entre as classes de agregado (Tabela 6).

É importante destacar que os valores das taxas de degradação aumentaram tanto no solo quanto nas classes de agregado, quando estas foram moídas, independentemente do tratamento e da profundidade (Tabelas 4, 5 e 6). Além disso, observa-se também, que a taxa de degradação aumentou com a redução do tamanho dos agregados, comportando-se de forma semelhante aos teores obtidos para o C₀ (Tabelas 1, 2 e 3). Esse efeito pode ser observado para as duas condições avaliadas (intacto e moído), principalmente nas duas primeiras camadas (0-0,05 e 0,5-0,10 m). É possível observar ainda, que a taxa de degradação nas amostras moídas foram superiores às taxas observadas para as amostras intactas, indicando que o rompimento dos agregados aumenta a possibilidade de decomposição do carbono devido à exposição deste, e conseqüentemente a maior acessibilidade aos microrganismos.

Tabela 6. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e lodo de esgoto (1N e 2N) nas condições intacta e moída, camada 0,10-0,20 m para Lotossolo Vermelho eutroférico, Campinas - SP.

Classe de agregado	<i>Intacto</i>	<i>Moído</i>
mm	----- % -----	
Solo	1,98 *	3,10
Macroagregados		
9,52-4,00	1,64 b ⁽¹⁾ *	3,00 a
4,00-2,00	1,83 b *	2,99 a
2,00-0,25	2,05 b *	3,39 a
Microagregados		
0,25-0,053	2,58 a ^{ns}	3,00 a
<0,053 ⁽²⁾	3,77	---

⁽¹⁾ Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4). ⁽²⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes, média geral. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intacto e moído.

No experimento de Jaguariúna, independentemente da classe de agregado, da condição (intacto e moído) e da profundidade, observa-se que há aumento do carbono

potencialmente mineralizável com o incremento da dose de lodo de esgoto (Tabelas 7, 8 e 9). Observa-se que os dados se ajustaram significativamente ao modelo linear com altos coeficientes de determinação (r^2), variando de 0,60 a 0,98.

Na camada 0-0,05 m, os teores de C_0 nos agregado intactos (todas as classes), aumentaram linearmente com o aumento da dose de lodo de esgoto aplicada ao solo (Tabela 7). Pelas equações de regressão verifica-se que o maior incremento de C_0 foi obtido na menor classe de agregado (<0,053 mm), em que os aumentos em relação ao tratamento sem lodo (0N) foram de aproximadamente 77, 155, 309 e 618 mg kg^{-1} para as doses 1, 2, 4 e 8N, respectivamente. Ao analisar os agregados moídos, observa-se que da mesma forma, os teores de C_0 aumentaram linearmente com o incremento das doses de lodo aplicadas no solo sem fracionar e em todas as classes de agregado (Tabela 7).

Para esta condição (amostras moídas), o solo sem fracionar foi o que apresentou maior concentração de C_0 , com aumentos de aproximadamente 18, 275, 550 e 1.100 mg kg^{-1} para as doses 1, 2, 4 e 8N, respectivamente, quando comparadas ao tratamento sem aplicação de adubo mineral e orgânico (0N). Em relação ao tratamento com AM e dose 1N (Tabela 7) observa-se que somente houve diferença entre esses tratamentos para a classe 4,00-2,00 mm para as duas condições avaliadas (intacto e moído).

Na camada 0,05-0,10 m, o incremento dos teores de C_0 nas classes de agregado e no solo intacto, foi linear com o aumento das doses de lodo (Tabela 8). Entre as amostras intactas, a classe <0,053 mm se destacou com os maiores teores de C_0 , tanto para as doses de lodo (0, 1, 2, 4 e 8N), como para o tratamento AM. Os aumentos proporcionados nos teores de C_0 nessa classe pela aplicação de lodo foram de aproximadamente 71, 142, 285 e 570 mg kg^{-1} para as doses 1, 2, 4, e 8N, respectivamente.

Ainda para esta profundidade (0,05-0,10 m), os teores de C_0 nas amostras moídas apresentaram comportamento semelhante ao das amostras intactas tanto para o solo sem fracionar como para as classes de agregado (Tabela 8). Os maiores teores de C_0 para as amostras moídas foram obtidos na classe 0,25-0,053 mm, em que os aumentos para cada dose aplicada (1, 2, 4, e 8N) foram de aproximadamente 51, 102, 205 e 410 mg kg^{-1} , respectivamente. Ao observar o comportamento dos teores de C_0 para as duas condições (intacto e moído), observa-se que os teores de C_0 obtidos no solo sem fracionar e em todas as classes de agregados para a condição intacta são inferiores aos teores obtidos para seus correspondentes moídos, embora em algumas classes e tratamentos, essa diferença não seja significativa (Tabela 8). No entanto, a aplicação das doses mais baixas de lodo não

influenciaram os macroagregados no que diz respeito à proteção física, uma vez que não houve diferença para as classes intactas e moídas (Tabela 8), porém, na maior dose aplicada (8N), os macroagregados moídos apresentaram maiores teores de C_0 quando comparados aos macroagregados intactos. A falta de efeito das menores doses de lodo nos macroagregados, provavelmente é decorrente da ausência da aplicação do resíduo por dois anos consecutivos, uma vez que a formação e/ou estabilização de macroagregados está intimamente relacionada ao fornecimento constante de material orgânico mais fresco ao solo.

Quando se compara o tratamento com AM e a dose 1N, observa-se que para as amostras intactas, esses tratamentos foram diferentes significativamente apenas nas classes de menor diâmetro (2,00-0,25; 0,25-0,053 e <0,053 mm) em que os maiores teores de C_0 foram obtidos na dose 1N, indicando que a aplicação de lodo mesmo em doses baixas, pode incrementar os teores de C_0 nas menores classes de agregado (Tabela 8). No entanto, quando as amostras passam por processo de moagem, esse efeito é verificado apenas nas classes 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm, indicando que estas classes liberam mais C-CO₂ no tratamento com lodo em relação ao tratamento com adubo mineral (Tabela 8), ou seja, a mineralização do carbono é mais influenciada pela adição de lodo ao solo.

Para a camada 0,10-0,20 m, os teores de C_0 continuaram aumentando com o incremento das doses de lodo em todas as classes de agregado e solo, independentemente da condição avaliada (Tabela 9). Para a condição intacta, as classes 0,25-0,053 e <0,053 mm se destacaram com os maiores teores de C_0 . Nesta camada, os teores de C_0 para o solo e macroagregados (9,52-4,00; 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm) moídos foram significativamente superiores aos observados na condição intacta. Novamente a classe 0,25-0,053 mm não apresentou diferença entre os teores de C_0 obtidos para as amostras intactas e para as moídas, indicando ausência de proteção física nessa classe.

Tabela 7. Carbono potencialmente mineralizável (C₀) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0-0,05 m.

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Doses					Equação de regressão	r ²
		0N	1N	2N	4N	8N		
----- C ₀ ⁽²⁾ mg kg ⁻¹ -----								
----- <i>Intacto</i> -----								
mm								
Solo	362,31 A ⁽²⁾ ns	268,62 *	354,71 A *	506,99 *	575,73 *	828,17 ns	y = 304,77 + 67,36x	0,97*
Macroagregados								
9,52-4,00	323,34 b A *	212,19 b *	306,72 a A *	281,13 b *	367,20 b *	574,25 b *	y = 220,25 + 42,68x	0,96*
4,00-2,00	348,75 b A *	225,11 ab *	311,18 a A *	385,09 a *	480,43 a *	600,08 b *	y = 265,52 + 44,95x	0,95*
2,00-0,25	326,78 ab A *	287,84 ab ^{ns}	380,72 ab A ^{ns}	417,36 a *	470,92 a *	651,12 b *	y = 315,28 + 42,11x	0,98*
Microagregados								
0,25-0,053	426,92 a A *	316,09 a *	461,46 a A ^{ns}	456,63 a *	569,94 a *	766,70 a ^{ns}	y = 355,49 + 51,89x	0,96*
<0,053 ⁽³⁾	605,71 A	447,29	627,76 A	726,34	890,69	1.104,73	y = 527,57 + 77,27x	0,95*
----- <i>Moído</i> -----								
Solo	453,87 A	329,26	497,97 A	582,11	746,34	888,86	y = 412,05 + 65,62x	0,91*
Macroagregados								
9,52-4,00	430,16 b A	316,68 b	448,01 ab A	426,64 b	477,90 b	701,61 b	y = 345,67 + 42,83x	0,92*
4,00-2,00	537,35 a A	399,50 ab	467,84 ab A	569,47 a	609,73 a	763,91 ab	y = 423,2,67 + 43,14x	0,95*
2,00-0,25	470,04 ab A	336,29 b	408,53 b A	577,38 a	598,69 a	766,12 ab	y = 383,79 + 50,89x	0,89*
Microagregados								
0,25-0,053	506,06 ab A	445,64 a	516,14 a A	606,20 a	653,80 a	833,44 a	y = 461,01 + 47,80x	0,96*

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ C₀ obtido pela equação: C-degradado = C₀ * (1 - e^{-kt}), em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽⁴⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ns Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 8. Carbono potencialmente mineralizável (C₀) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0,05-0,10 m.

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Doses					Equação de regressão	r ²
		0N	1N	2N	4N	8N		
----- C ₀ ⁽²⁾ mg kg ⁻¹ -----								
----- Intacto -----								
mm								
Solo	314,09 A ⁽³⁾ *	289,48 *	373,55 A *	412,41 *	469,47 *	588,46 *	y = 322,89 + 34,60x	0,96*
Macroagregados								
9,52-4,00	296,19 b A *	274,68 a ^{ns}	321,92 a A ^{ns}	352,91 a ^{ns}	366,98 b *	583,72 ab *	y = 270,18 + 36,62x	0,94*
4,00-2,00	313,23 b A *	272,94 a ^{ns}	352,72 a A ^{ns}	380,37 a *	554,63 ab ^{ns}	543,38 b *	y = 351,81 + 28,26x	0,68*
2,00-0,25	246,92 ab B *	254,88 a ^{ns}	347,34 a A ^{ns}	381,09 a ^{ns}	462,30 ab ^{ns}	529,37 b *	y = 299,84 + 31,72x	0,90*
Microagregados								
0,25-0,053	430,09 a B *	342,45 a ^{ns}	488,93 a A ^{ns}	522,07 a ^{ns}	616,06 a *	746,65 a ^{ns}	y = 406,58 + 45,55x	0,92*
<0,053 ⁽⁴⁾	574,34 B	707,86	660,78 A	752,54	904,22	1228,61	y = 637,08 + 71,24x	0,96*
----- Moído -----								
Solo	384,28 B	364,45	469,38 A	521,79	636,50	765,85	y = 408,21 + 47,80x	0,95*
Macroagregados								
9,52-4,00	408,99 b A	368,24 a	442,65 a A	486,75 a	528,14 b	766,36 a	y = 377,19 + 47,08x	0,98*
4,00-2,00	394,72 b B	407,18 a	475,78 a A	540,48 a	617,63 b	725,64 a	y = 438,42 + 38,31x	0,96*
2,00-0,25	381,69 b B	333,75 a	429,29 a A	515,70 a	568,46 b	700,04 a	y = 382,46 + 42,33x	0,93*
Microagregados								
0,25-0,053	486,36 a A	390,52 a	506,16 a A	552,24 a	919,22 a	772,98 a	y = 474,62 + 51,20x	0,60*

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ C₀ obtido pela equação: C-degradado = C₀ * (1 - e^{-k.t}), em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽⁴⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Semelhantemente ao observado para os teores de C_0 , a taxa de degradação do carbono também aumentou em função do incremento das doses de lodo esgoto, nas três camadas (Tabelas 10,11 e 12). Na camada 0-0,05 m, as doses de lodo de esgoto não influenciaram apenas a classe 0,25-0,053 mm após serem moídas, indicando que após a moagem, não houve aumento na taxa de degradação do carbono (Tabela 10). Na camada 0,05-0,10 m, o lodo não influenciou a classe 4,00-2,00 mm e os microagregados (0,25-0,053 e <0,053 mm) intactos (Tabela 11). Já para a camada 0,10-0,20 m, a maior classe (9,52-4,00 mm) intacta e a classe 4,00-2,00 mm (moída), não sofreu influência da aplicação de lodo de esgoto (Tabela 12).

Em todas as classes verifica-se que a taxa de degradação aumentou à medida que aumentou a dose de lodo, tanto para as amostras intactas quanto para as moídas. Verifica-se ainda, que ao diminuir o diâmetro dos agregados e aumentar a profundidade avaliada, a diferença entre a taxa de degradação das amostras intactas e moídas se estreitam (Tabelas 10, 11 e 12), o que evidencia menor quantidade de C-CO₂ sendo liberada após a moagem das amostras, e conseqüentemente, diminuição do carbono fisicamente protegido no interior dos agregados menores.

Em Jaguariúna, de forma semelhante ao observado em Campinas, a moagem dos agregados aumentou o reservatório do C_0 no solo e nos macroagregados (>0,25 mm) nas três camadas analisadas, tanto para o tratamento com doses de lodo como para o tratamento com adubo mineral (Tabelas 7, 8 e 9). Em relação à taxa de degradação, os valores também foram significativamente maiores após a moagem das amostras (Tabelas 10, 11 e 12).

Na área experimental de Campinas, os valores de carbono mineralizável variaram de 182 a 943 mg kg⁻¹ para agregados intactos e de 271 a 1477 mg kg⁻¹ para agregados moídos (Tabelas 1, 2 e 3). No experimento de Jaguariúna, os valores ficaram entre 212 e 819 mg kg⁻¹ nos agregados intactos e entre 317 e 919 mg kg⁻¹ (Tabelas 7, 8 e 9).

Tabela 9. Carbono potencialmente mineralizável (C₀) no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída, em Lotossolo Vermelho distroférrico, Jaguariúna-SP, camada 0,10-0,20 m.

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Doses					Equação de regressão ⁽³⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
C ₀ ⁽⁴⁾ mg kg ⁻¹								
----- <i>Intacto</i> -----								
mm								
Solo	465,67 A * ⁽⁵⁾	309,47	351,03 A *	418,22 *	473,53 *	592,05 *	y = 324,98 + 34,63x	0,98*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	304,31 b A *	261,73 b *	316,65 b A *	320,33 b *	352,61 b *	459,48 b *	y = 273,82 + 22,78x	0,97*
4,00 - 2,00	292,65 b B *	259,92 b *	413,68 ab A *	391,88 b *	440,64 b *	577,11 b *	y = 317,11 + 33,18x	0,85*
2,00 - 0,25	278,12 b A *	247,20 b *	327,25 b A	421,04 b	455,50 b *	570,48 b *	y = 292,49 + 37,27x	0,91*
Microagregados								
0,25 - 0,053	467,07 a A ^{ns}	409,35 a ^{ns}	487,00 a A ^{ns}	591,83 a ^{ns}	628,25 a ^{ns}	818,88 a ^{ns}	y = 442,40 + 48,22x	0,96*
<0,053 ⁽⁶⁾	681,96 A	565,75	668,31 A	866,98	987,97	1289,75	y = 610,56 + 88,40x	0,97*
----- <i>Moído</i> -----								
Solo	659,31 A	360,11	492,12 B	561,15	650,66	767,62	y = 426,60 + 46,58x	0,91*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	420,21 a A	388,94 b	419,26 b A	494,54 b	503,34 b	655,54 b	y = 396,24 + 32,03x	0,96*
4,00 - 2,00	431,84 a B	421,05 b	663,87 a A	525,20 ab	608,74 ab	758,51 ab	y = 499,08 + 32,13x	0,62*
2,00 - 0,25	413,18 a A	380,39 b	396,09 b A	504,50 b	626,62 ab	692,45 b	y = 396,18 + 41,28x	0,89*
Microagregados								
0,25 - 0,053	525,11 a A	443,81 b	498,34 b A	639,62 a	690,53 a	854,27 a	y = 475,75 + 49,85x	0,94*

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ C₀ obtido pela equação: C-degradado = C₀ * (1 - e^{-kt}), em que C-degradado é igual a quantidade de C (mg kg⁻¹) emanada na forma de CO₂ no tempo t; k é a constante de velocidade da reação e t é o tempo de incubação em dias. ⁽³⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽⁴⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 10. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0-0,05 m.

Classes de Agregado (mm)	AM ⁽¹⁾	Doses					Equação de regressão ⁽³⁾	r ²
		0N	1N ⁽²⁾	2N	4N	8N		
----- mg kg ⁻¹ -----								
----- <i>Intacto</i> -----								
Solo	2,33 A ⁽⁴⁾	1,98 *	2,18 A *	2,80 *	2,96 *	3,59	y = 2,12 + 0,20x	0,92*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,04 a A *	1,52 b *	1,89 b A *	1,70 c *	1,93 b *	2,35 b *	y = 1,61 + 0,09x	0,86*
4,00 - 2,00	2,17 a A *	1,56 b *	1,90 b A *	2,25 b *	2,50 a *	2,58 b *	y = 1,81 + 0,12x	0,75*
2,00 - 0,25	2,49 a A *	2,52 a *	2,77 a A	2,93 a *	2,87 a *	3,32 a *	y = 2,62 + 0,09x	0,88*
Microagregados								
0,25 - 0,053	2,23 a A ^{ns}	1,95 a *	2,34 ab A ^{ns}	2,22 bc *	2,36 ab ^{ns}	2,64 b ^{ns}	y = 2,09 + 0,07x	0,79*
<0,053 ⁽⁵⁾	2,17 A	1,81	2,09 A	2,33	2,49	2,64	y = 1,99 + 0,09x	0,81*
----- <i>Moído</i> -----								
Solo	2,93 A	2,43	3,04 A	3,20	3,85	3,72	y = 2,81 + 0,15x	0,67*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,72 b A	2,27 b	2,77 a A	2,58 c	2,52 c	2,87 b	y = 2,46 + 0,05x	0,43*
4,00 - 2,00	3,35 a A	2,75 ab	2,88 a B	3,31 b	3,16 ab	3,27 b	y = 2,91 + 0,05x	0,49*
2,00 - 0,25	3,58 a A	2,96 a	2,97 a B	4,07 a	3,64 a	3,89 a	y = 3,18 + 0,11x	0,41*
Microagregados								
0,25 - 0,053	2,63 b A	2,75 ab	2,63 a A	2,92 bc	2,70 bc	2,86 b	NS	---

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 11. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0,05-0,10 m.

Classes de Agregado	AM	Doses					Equação de regressão	r ²
		0N	1N	2N	4N	8N		
----- mg kg ⁻¹ -----								
----- <i>Intacto</i> -----								
mm								
Solo	2,25 A *	2,26 *	2,51 A *	2,68 *	2,71 *	2,94 *	y = 2,40 + 0,07x	0,84*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,11 a A *	2,12 a	2,30 a A *	2,36 a *	2,21 b *	2,88 a *	y = 2,13 + 0,08x	0,77*
4,00 - 2,00	2,27 a A *	2,07 a *	2,30 a A *	2,41 a *	3,10 a	2,70 a *	y = 2,26 + 0,08x	0,45*
2,00 - 0,25	2,06 a B *	2,30 a	2,66 a A	2,77 a *	2,96 ab	3,01 a *	y = 2,51 + 0,08x	0,71*
Microagregados								
0,25 - 0,053	2,37 a A ^{ns}	2,13 a ^{ns}	2,59 a A ^{ns}	2,59 a ^{ns}	2,65 ab *	2,77 a ^{ns}	NS	---
<0,053	2,18 A	3,00	2,37 A	2,59	2,70	3,21	NS	---
----- <i>Moído</i> -----								
Solo	2,76 A	2,86	3,15 A	3,38	3,66	3,82	y = 3,04 + 0,11x	0,85*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,91 ab A	2,84 a	3,17 a A	3,28 ab	3,18 a	3,75 a	y = 2,96 + 0,09x	0,83*
4,00 - 2,00	2,87 ab A	3,08 a	3,09 a A	3,39 ab	3,44 a	3,60 ab	NS	---
2,00 - 0,25	3,19 a A	3,01 a	3,28 a A	3,76 a	3,63 a	3,98 a	y = 3,22 + 0,10x	0,73*
Microagregados								
0,25 - 0,053	2,68 b A	2,43 a	2,68 a A	2,74 b	3,94 a	2,87 b	NS	---

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Tabela 12. Taxa de degradação do carbono no solo e nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (0, 1, 2, 4 e 8N) nas condições intacta e moída em Lotossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0,10-0,20 m.

Classes de Agregado	AM ⁽¹⁾	Doses					Equação de regressão	r ²
		0N	1N	2N	4N	8N		
----- % -----								
----- <i>Intacto</i> -----								
mm								
Solo	3,29 A * ⁽³⁾	2,43	2,51 A *	2,69 *	2,82 *	3,06 *	y = 2,47 + 0,08x	0,96*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,13 a A *	2,03 a *	2,30 a A *	2,14 b *	2,26 b *	2,52 b *	NS	---
4,00 - 2,00	2,06 a B *	1,95 a *	2,85 a A *	2,50 ab *	2,58 ab *	2,99 ab	y = 2,31 + 0,09x	0,47*
2,00 - 0,25	2,24 a A *	2,23 a *	2,59 a A ^{ns}	3,04 a *	3,03 a *	3,45 a *	y = 2,47 + 0,13x	0,82*
Microagregados								
0,25 - 0,053	2,67 a A ^{ns}	2,61 a ^{ns}	2,71 a A ^{ns}	2,96 a ^{ns}	2,91 ab ^{ns}	3,26 ab ^{ns}	y = 2,67 + 0,08x	0,89*
<0,053 ⁽⁴⁾	2,70 A	2,45	2,61 A	3,02	3,14	3,45	y = 2,57 + 0,12x	0,88*
----- <i>Moído</i> -----								
Solo	4,68 A	2,82	3,48 A	3,61	3,87	3,96	y = 3,20 + 0,12x	0,66*
Macroagregados								
9,52 - 4,00	2,93 a A	3,02 a	3,05 b A	3,31 a	3,22 b	3,63 ab	y = 3,03 + 0,07x	0,87*
4,00 - 2,00	3,04 a A	3,15 a	4,62 a A	3,36 a	3,58 ab	3,86 ab	NS	---
2,00 - 0,25	3,34 a A	3,44 a	3,14 b A	3,65 a	4,17 a	4,19 a	y = 3,35 + 0,12x	0,70*
Microagregados								
0,25 - 0,053	3,00 a A	2,83 a	2,78 b A	3,19 a	3,19 b	3,39 b	y = 2,86 + 0,07x	0,77*

⁽¹⁾ AM = Adubação Mineral. ⁽²⁾ Médias seguidas de mesma letra minúsculas na coluna e maiúsculas na linha não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3). ⁽³⁾ Classe de agregado analisada separadamente das demais classes. * e ^{ns} Significativo e não significativo a 5 % para as condições intactas e moídas.

Nas duas áreas, o aumento dos valores da taxa de degradação quando os agregados foram rompidos, indica que a oclusão da matéria orgânica no interior de macroagregados, reduz a taxa de degradação do carbono no solo. Dessa maneira, macroagregados são, portanto, estruturas eficientes na proteção física da matéria orgânica contra o ataque dos microrganismos e suas enzimas (TISDALL & OADES, 1982; GOLCHIN, 1994). Além disso, pela quantidade de C mineralizado após a quebra dos macroagregados (Tabelas 1, 2, 3, 7, 8 e 9) é possível afirmar que a matéria orgânica oclusa nos agregados é prontamente disponível aos microrganismos do solo.

Para os microagregados (0,25-0,053 mm), o processo de moagem não induziu a maiores teores de C_0 (Tabelas 1, 2, 3, 7, 8 e 9), sendo significativamente iguais aos valores das amostras intactas em todas as profundidades avaliadas neste estudo. Desse modo, a proteção física em microagregados é nula, como já comentado. No entanto, os microagregados (0,25-0,053 e <0,053 mm) apresentaram os maiores teores de carbono orgânico total (COT) (ver capítulo 3), entretanto uma provável explicação para que a classe 0,25-0,053 mm, mesmo após o rompimento não aumente a mineralização do carbono, é o predomínio de minerais de argila e óxidos e hidróxidos de ferro e alumínio, responsáveis pela forte interação com o húmus (BAYER, 1996).

Para as duas áreas avaliadas, os maiores teores de C_0 verificados nos microagregados culminam com maiores taxas de degradação e maiores teores de COT (ver capítulo 3). Dessa maneira, a perda de C-CO₂ foi proporcional ao teor de COT se comparadas às demais classes de agregado. Entretanto, esperava-se que as taxas de degradação do carbono diminuíssem com a redução do diâmetro dos agregados, em função de uma maior proporção de matéria orgânica mais humificada, resultando em menor velocidade de decomposição (TISDALL & OADES, 1982; SIX et al., 2002). No entanto, neste estudo, a classe <0,053 mm não se apresentou com matéria orgânica mais humificada, sendo o grau de humificação dessa classe inferior ao grau de humificação observado nas demais classes de agregado e solo (ver capítulo 3). Ao correlacionar os valores de C_0 e o grau de humificação (H_{FIL}) para o solo e classes de agregado na camada 0-0,05 m das duas áreas, observa-se que quanto maior o grau de humificação de cada classe, menor a liberação de C-CO₂ (Figuras 1 e 2). Dessa maneira, a menor classe emitiu mais C-CO₂ por possuir matéria orgânica menos humificada, ou seja, mais heterogênea, fornecida pela aplicação do lodo de esgoto, que está prontamente acessível ou disponível aos microrganismos do solo. Nas profundidades 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m nas duas áreas

(dados não mostrados), o comportamento foi semelhante ao comportamento observado para a camada 0-0,05 m.

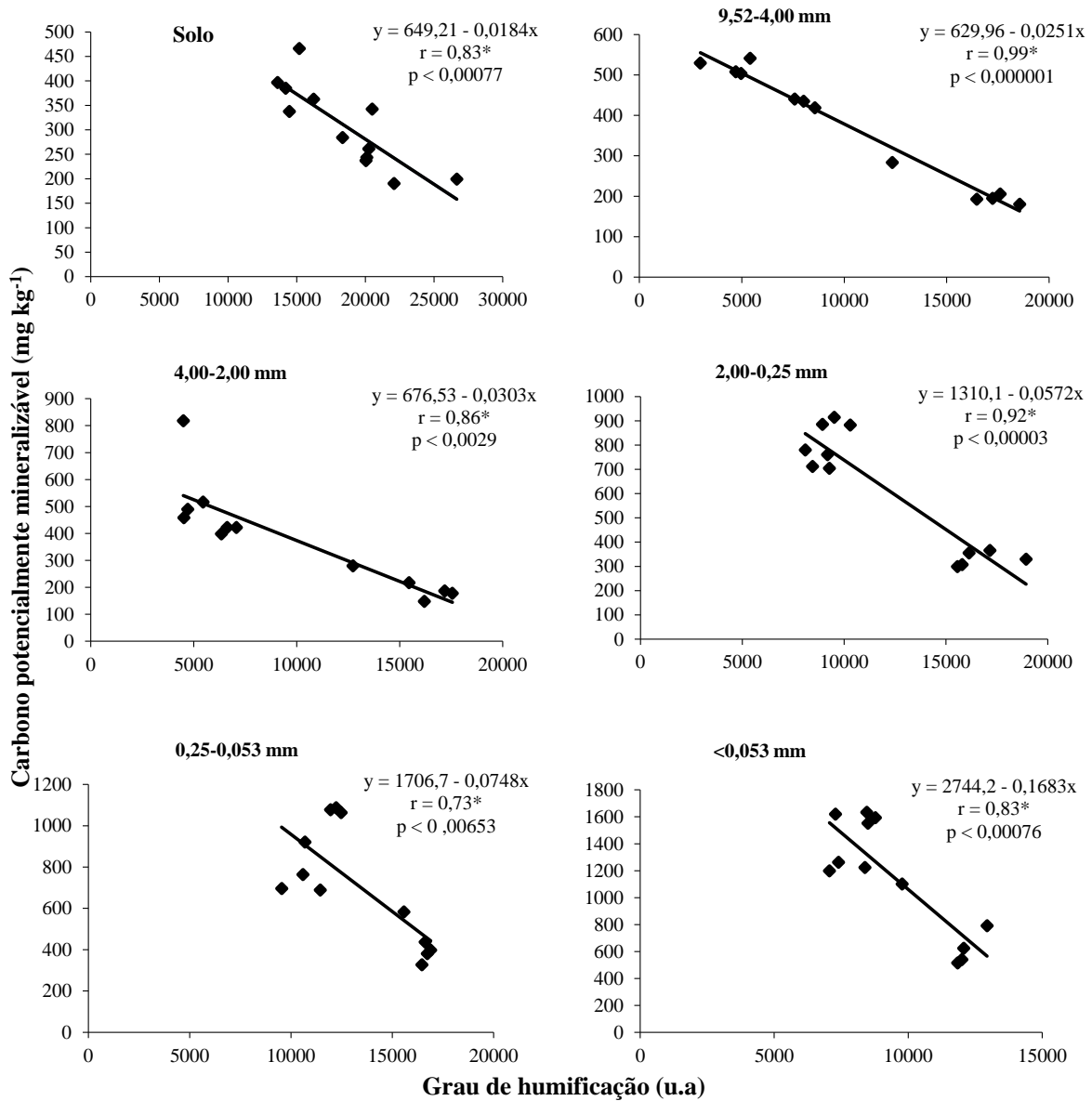


Figura 1. Correlação entre grau de humificação e carbono potencialmente mineralizável em Latossolo Vermelho eutroférico, Campinas-SP, camada 0-0,05 m.

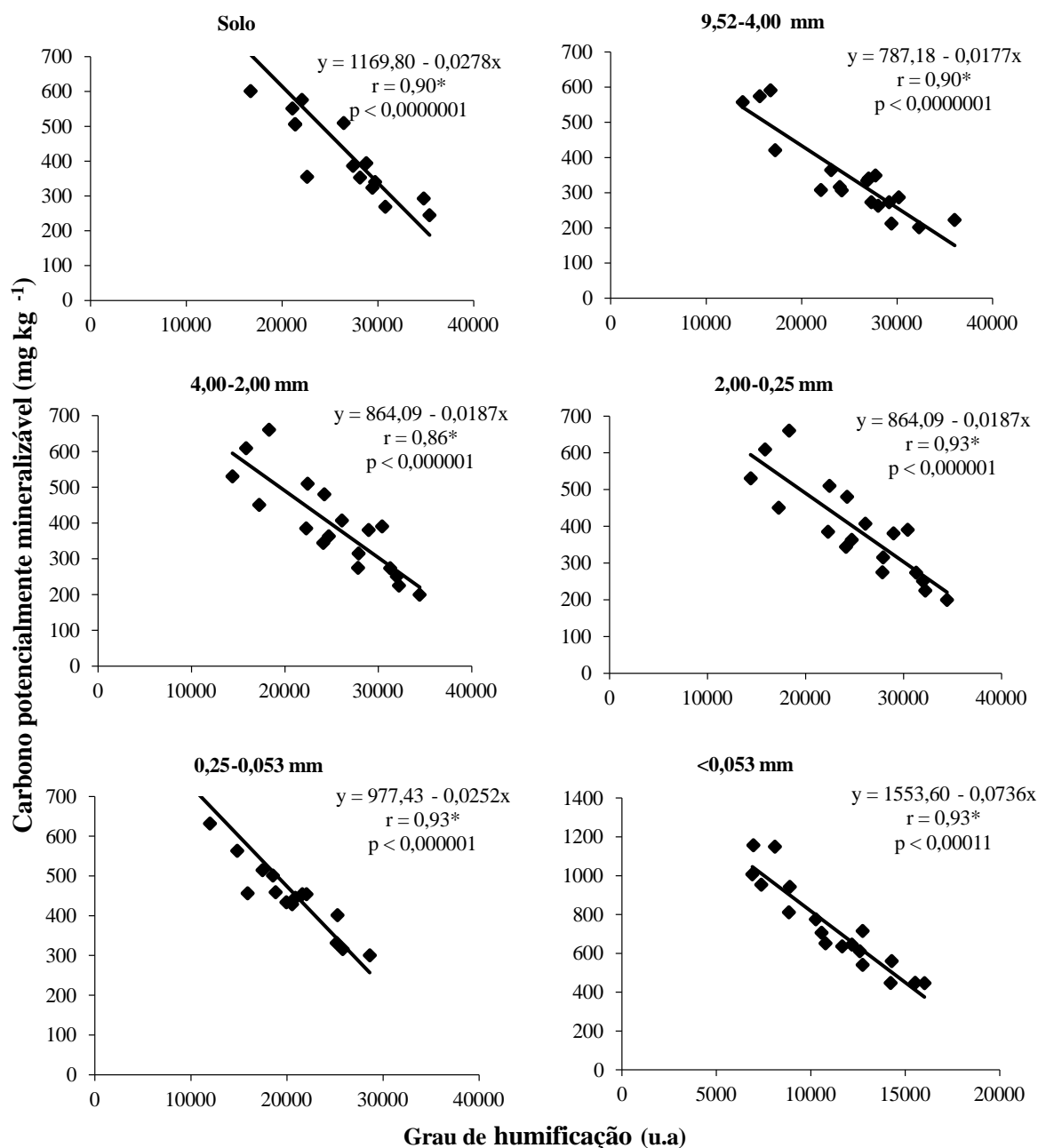


Figura 2. Correlação entre grau de humificação e carbono potencialmente mineralizável em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP, camada 0-0,05 m.

A proteção física do carbono dentro dos agregados pode ser mais bem visualizada pela porcentagem de carbono fisicamente protegido no interior de cada classe de agregado (Figuras 3, 4, 5 e 6). No experimento de Campinas, a aplicação de lodo de esgoto influenciou a porcentagem de carbono fisicamente protegido no solo e nos macroagregados (Figuras 3, 4 e 5). Na profundidade 0-0,05 m, as doses de lodo apresentaram as maiores porcentagens do carbono fisicamente protegido no solo e nas classes 9,52-4,00; 4,00-2,00 e

2,00-0,25 mm. Na classe 0,25-0,053 mm não houve diferenças entre os tratamentos avaliados (Figura 3).

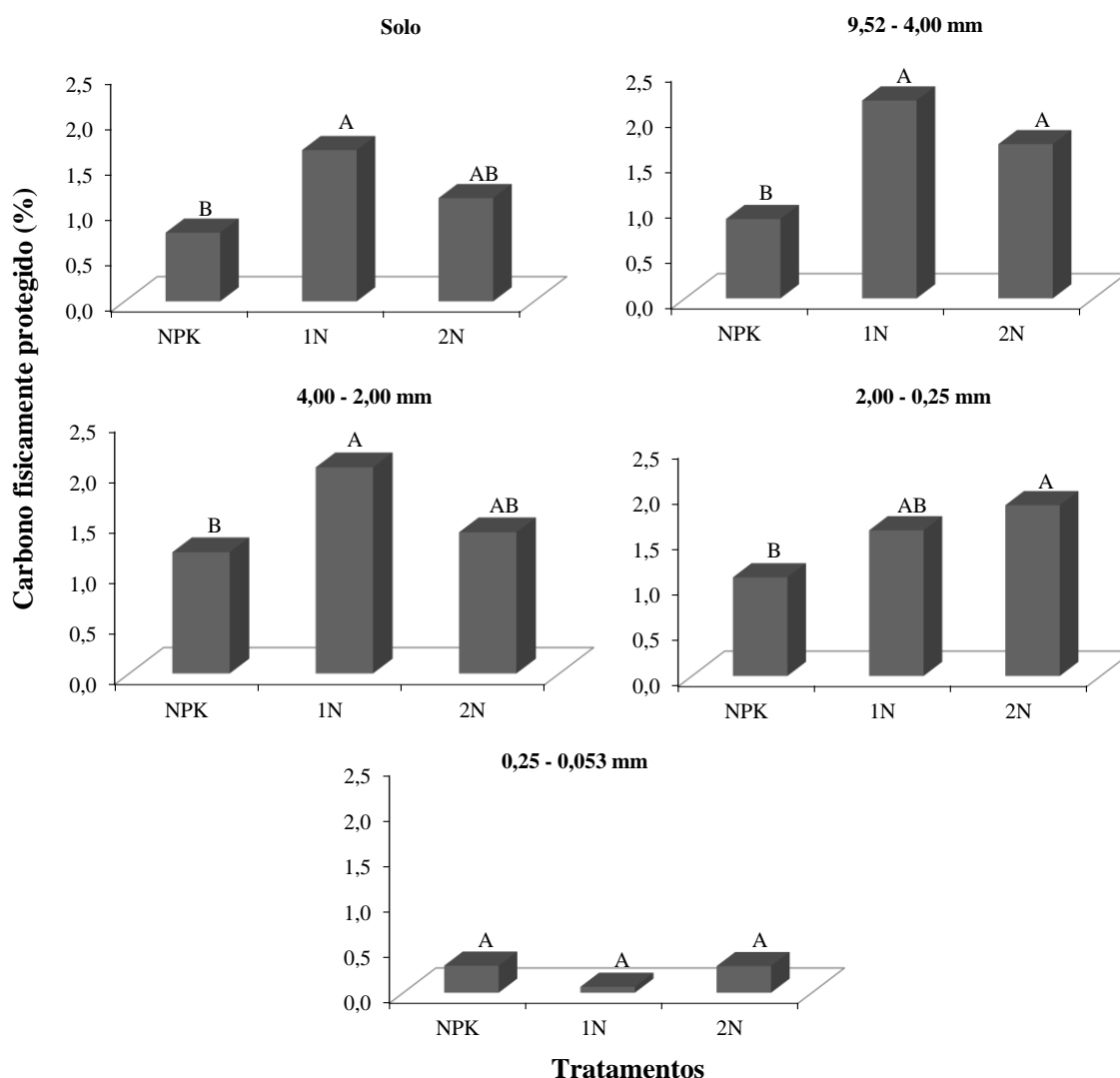


Figura 3. Carbono fisicamente protegido nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférico (Campinas-SP), camada 0-0,05 m. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

No solo, as porcentagens de carbono fisicamente protegido foram de 0,8; 1,7 e 1,1% para os tratamentos AM, 1N e 2N, respectivamente. A classe com diâmetro 9,52-4,00 mm apresentaram as maiores porcentagens iguais a 0,9; 2,1 e 1,7% para os mesmos tratamentos (Figura 3). Para a classe 4,00-2,00 mm as porcentagens variaram de 1,2 a 2% e para a classe 2,00-0,25 mm variaram de 1,1 a 1,9% (Figura 3). A classe de menor diâmetro (0,25-

0,053 mm), classificada como microagregado, apresentou as menores porcentagens de carbono protegido (Figura 3), com valores de 0,5; 0,4 e 0,2% para AM, 1N e 2N, respectivamente, evidenciando mais ainda a ausência de proteção física nessa classe.

Na camada 0,05-0,10 m, o comportamento da porcentagem de carbono fisicamente protegido é semelhante ao observado na camada 0-0,05 m. No entanto, na maior classe (9,52-4,00 mm), verifica-se que a diferença entre os tratamentos é mais evidenciada, uma vez que a dose 1N é significativamente superior à dose 2N e ao tratamento AM (Figura 4).

Para a camada 0,10-0,20 m, não houve efeito de tratamento, o que indica que a aplicação de lodo de esgoto não tem influência sobre o carbono protegido nessa profundidade (Figura 5). Em relação às classes de agregado, observa-se que a maior classe (9,52 – 4,00 mm) continua apresentando as maiores porcentagens, no entanto não difere do solo e das classes com diâmetros entre 4,00-2,00 e 2,00-0,25 mm (Figura 5). A classe de microagregado (0,25-0,053 mm) possui a menor porcentagem de carbono protegido, apresentando valor igual a 0,4%.

Em Jaguariúna, não houve efeito das doses de lodo de esgoto para o carbono fisicamente protegido. Ao analisar as porcentagens de carbono fisicamente protegido nas classes de agregado e no solo nas três camadas (Figura 6), verifica-se que a classe de microagregado (0,25-0,053 mm) apresentou valores significativamente inferiores quando comparados aos obtidos para o solo e para os macroagregados. Os valores obtidos na classe de microagregado foram iguais a 0,5; 0,4 e 0,2% para as camadas 0-0,05; 0,05-0,10 e 0,10-0,20 m.

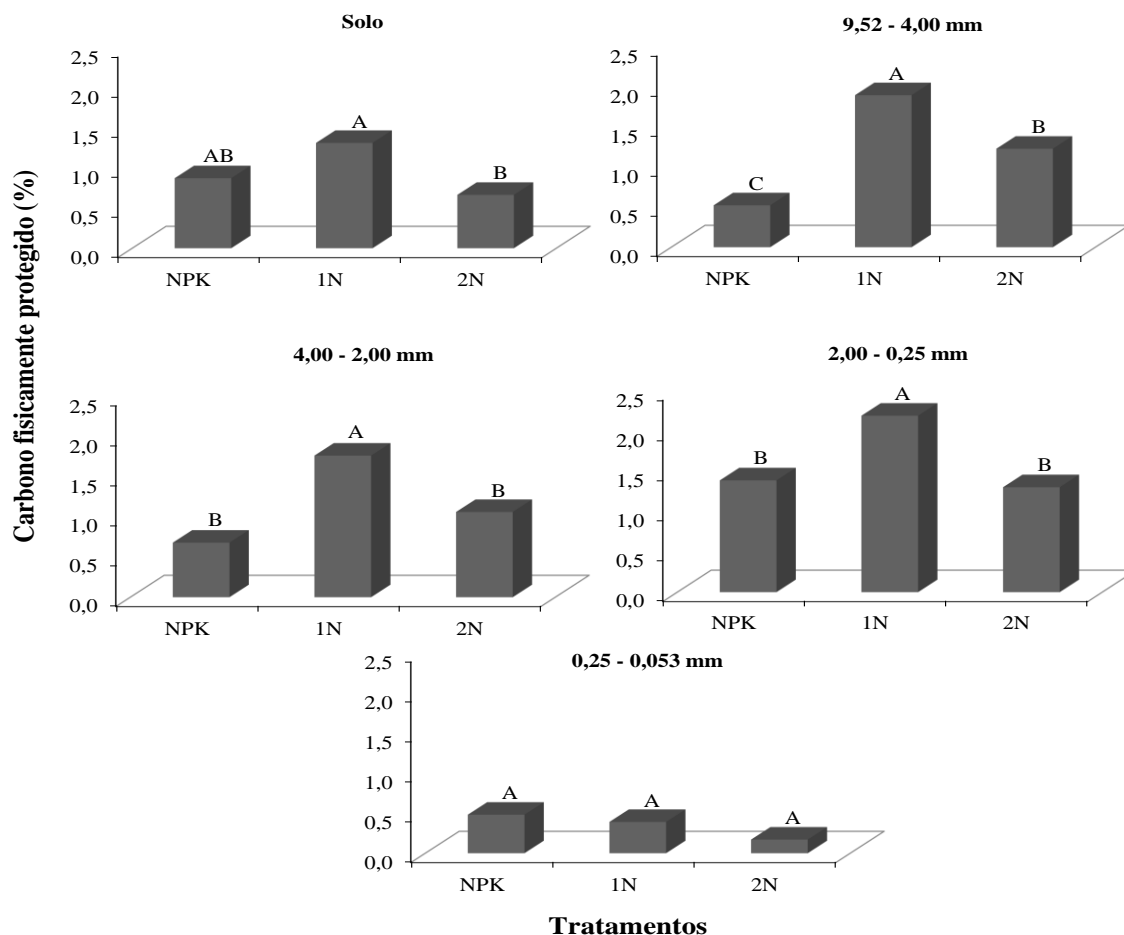


Figura 4. Carbono fisicamente protegido nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférrico (Campinas-SP), camada 0,05-0,10 m. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

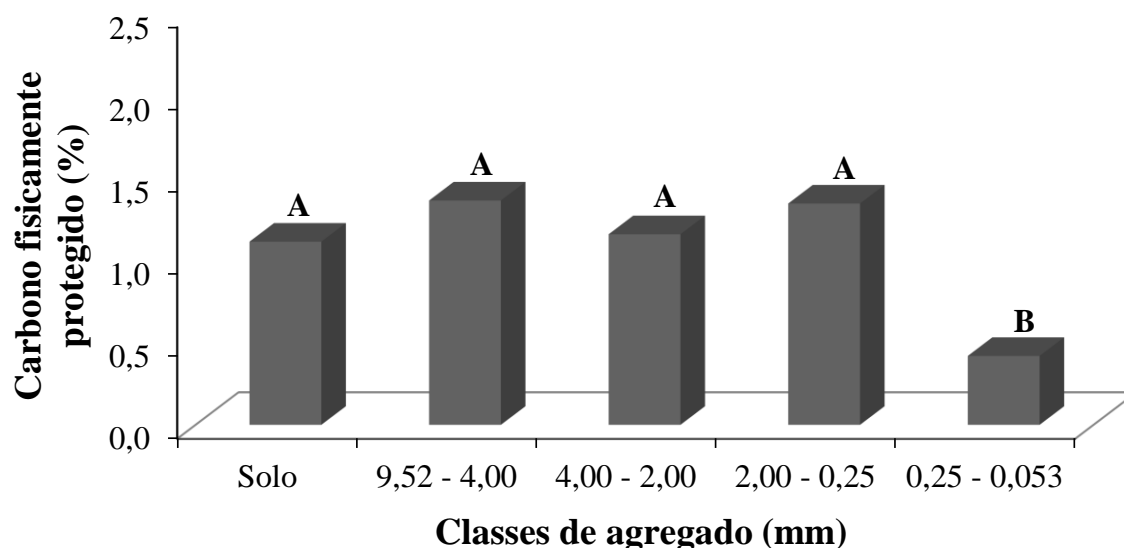


Figura 5. Carbono fisicamente protegido nas classes de agregado em função da aplicação de adubo mineral (AM) e doses de lodo de esgoto (1N e 2N) em Latossolo Vermelho eutroférrico (Campinas-SP), camada 0,10-0,20 m. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 4).

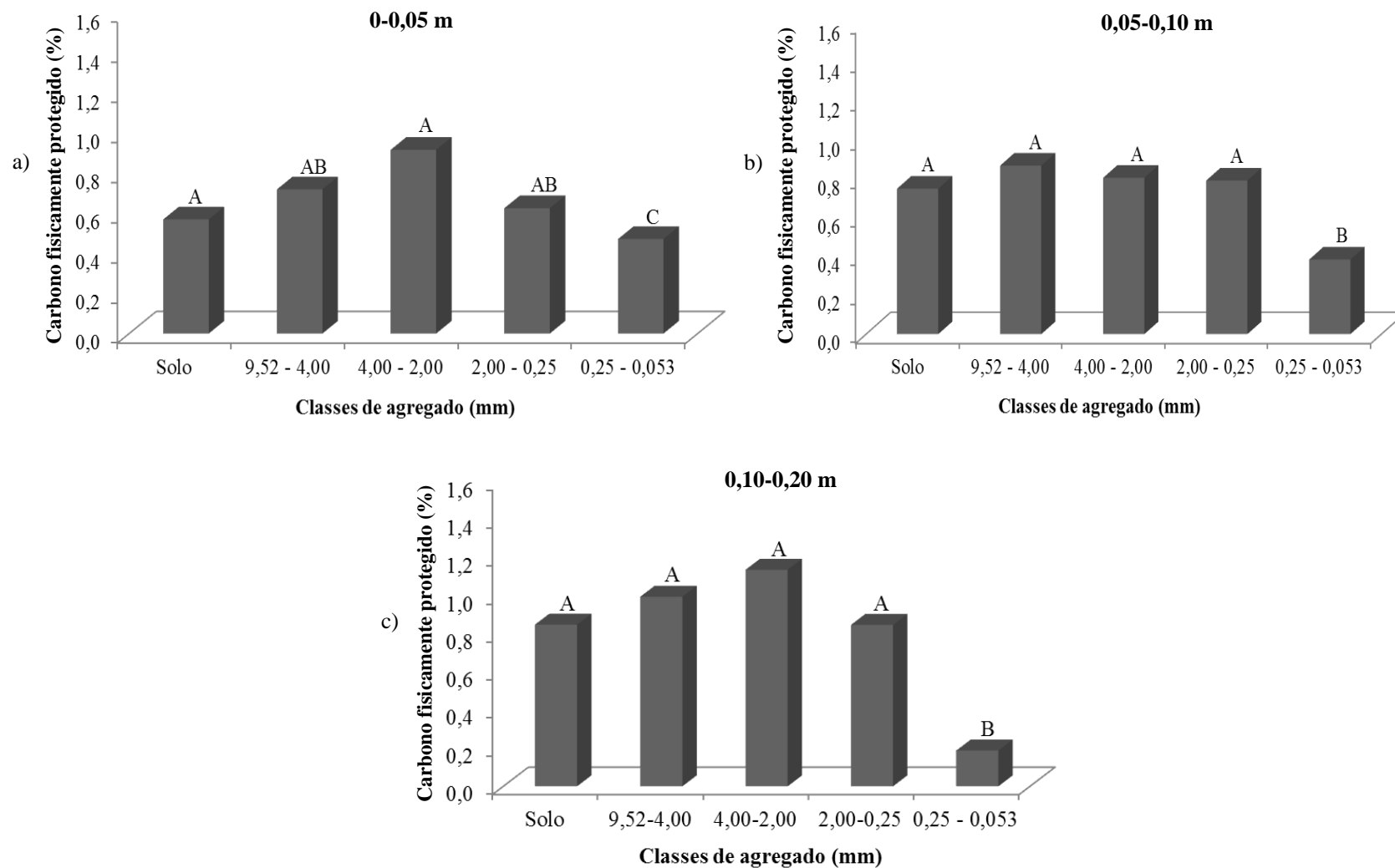


Figura 6. Carbono fisicamente protegido nas classes de agregado até 0,20 m de profundidade em Latossolo Vermelho distroférico, Jaguariúna-SP. Médias seguidas de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (n = 3).

O carbono fisicamente protegido representou de 0,5 a 1,2% do carbono orgânico total no experimento de Campinas e na área experimental de Jaguariúna de 0,4 a 1,1%. Estes resultados corroboram com os encontrados por CHEVALLIER et al. (2004) e PULLEMAN & MARINISSEN (2004), que observaram de 1 a 2,5% e de 0,5 a 1,4% de carbono protegido em relação ao carbono orgânico total, em agregados de solos sob pastagem.

As maiores porcentagens de carbono protegido nos macroagregados para as duas áreas deste estudo evidencia ainda mais que estas estruturas são efetivas na proteção física da matéria orgânica do solo no que diz respeito à decomposição pela atividade microbiana. No entanto, os macroagregados são tidos como estruturas sensíveis, que podem ser facilmente rompidas pelas práticas de manejo (TISDALL & OADES, 1982; GOLCHIN, 1994; COSTA-JÚNIOR et al., 2012).

4. CONCLUSÕES

- 1- Os macroagregados são estruturas mais eficientes na proteção física da matéria orgânica do solo.
- 2- A proteção física nos agregados foi pouco relevante para o aumento dos teores de carbono no solo com aplicação de lodo de esgoto.
- 3- Nos microagregados (<0,25 mm), a estabilização da matéria orgânica não depende do mecanismo de proteção física.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BAYER, C. **Dinâmica da matéria orgânica em sistemas conservacionistas de manejo dosolo**. Porto Alegre, 1996. 202p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Agronomia, UFRGS.

BAYER, C.; MIELNICZUK, J.; AMADO, T.J.C.; MARTIN-NETO, L.; FERNANDES, S.V. Organic matter storage in a sandy clay loam Acrisol affected by tillage and cropping systems in southern Brazil. **Soil Tillage Research**, v. 54, p.101-109, 2000.

BETTIOL, W.; GHINI, R. Impacts of sewage sludge in topical soil: A case study in Brazil. **Applied and Environmental Soil Science**, v.2011, p.1-11, 2011.

BUENO, J.R.P; BERTON, R.S; SILVEIRA, A.P.D; MARCIO KOITI CHIBA, M.K.; ANDRADE, C.A. DE.; DE MARIA, I.C. Chemical and microbiological attributes of na oxisol treated with successive applications of sewage sludge. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, p. 1461-1470, 2011.

CHEVALLIER, T.; BLANCHART, E.; ALBRECHT, A.; FELLER, C. The physical protection of soil organic carbon in aggregates: a mechanism of carbon storage in a Vertisol under pasture and market gardening. **Agriculture, Ecosystem and Environment**, v.103, p. 375-387, 2004.

COLODRO, G.; ESPÍNDOLA, C.R. Alterações na fertilidade de um Latossolo degradado em resposta à aplicação de lodo de esgoto. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.28, p.1-5, 2006.

CHRISTENSEN, B.T. Physical fractionation of soil and structural and functional complexity in organic matter turnover. **European Journal of Soil Science**, v.52, p.345-353, 2001.

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL. **Aplicação de biossólido em áreas agrícolas: critérios para projeto e operação (Manual Técnico)**. São Paulo, 1999. 35p.

CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente). Resolução 375/2006. Brasília, 2006. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=506>> Acesso em 13 de março de 2010.

CONCEIÇÃO, P.C.; BOENI, M.; DIECKOW, J.; BAYER, C.; MIELNICZUK, J. Fracionamento densimétrico com politungstato de sódio no estudo da proteção física da matéria orgânica em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.32, p.541-549, 2008.

COSCIONE, A.R.; ANDRADE, C.A. **Protocolos para avaliação da dinâmica de resíduos orgânicos no solo**. In: ANDRADE, J. C.; ABREU, M. F. Análise Química de Resíduos Sólidos para Monitoramento e Estudos Agroambientais. Campinas: Instituto Agrônômico, p.159-177, 2006.

COSTA JUNIOR, C.; PICCOLO, M. C.; NETO, M. S.; CAMARGO, P. B.; CERRI, C. C.; BERNOUX, M. B. Carbono em agregados do solo sob vegetação nativa, pastagem e sistemas agrícolas no bioma cerrado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.36, p.1311-1321, 2012.

DE MARIA, I.C; KOCSSI, M.A; DECHEN, S.C.F. Agregação do solo em área que recebeu lodo de esgoto. **Bragantia**, v.66, p.291-198, 2007.

DIEKOW, J.; MIELNICZUK, J.; KNICKER, H.; BAYER, C.; DICK, D.P.; KOGEL-KNABNER, I. Carbon and nitrogen stocks in physical fractions of a subtropical Acrisol as influenced by long-term no-till cropping systems and N fertilisation. **Plant Soil**, v. 268, p.319-328, 2005.

DIECKOW, J.; BAYER, C.; CONCEICAO, P.C.; ZANATTA, J.A.; MARTIN-NETO, L.; MILORID.B.M.; SALTON, J.C.; MACEDO, M.M.; MIELNICZUK, J. & HERNANI, L.C. Land use, tillage, texture and organic matter stock and composition in tropical and subtropical Brazilian soils. **European Journal of Soil Science**, v.60, p.240-249, 2009.

DOMINGUES, R. R. **Estabilidade da matéria orgânica e teores de metais pesados em solo tratado sucessivamente com lodo de esgoto**. Campinas, 2013. 97 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto Agrônômico (IAC), Campinas, 2013.

EDWARDS, A.P.; BREMNER, J.M. Microaggregates in soils. **Journal of Soil Science**, London, v.18, n.1, p.64-73, 1967.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 2.ed. Rio de Janeiro, 2006. 306p.

FABRIZZI, K.P.; RICE, C.W.; AMADO, T.J.C.; FIORIN, J.; BARBAGELATA, P.; MELCHIORI, R. Protection of soil organic C and N in temperate and tropical soils: Effect of native and agroecosystems. **Biogeochemistry**, v.92, p.129-143, 2009.

GOLCHIN, A.; OADES, J.M.; SKJEMSTAD, J.O.; CLARKE, P. Soil structure and carbon cycling. **Australian Journal of Soil Research**, Melbourne, v.32, p.1043-1068, 1994.

GUGGENBERGER, G. & KAISER, K. (2003). Mineral surfaces and soil organic matter. **European Journal of Soil Science**, v.54, p.219-236, 2003.

JASTROW, J.D. & MILLER, R.M. **Soil aggregate stabilization and carbon sequestration: Feedbacks through organomineral associations**. In: LAL, R.; KIMBLE, J.M.; FOLLETT, R.F. & STEWART, B.A., eds. Soil processes and the carbon cycle. Boca Raton, CRC Press, 1998. p.207-223.

NICOLOSO, R.S. **Mecanismos de estabilização do carbono orgânico do solo em agroecossistemas de clima temperado e sub-tropical**. 2009. 108 p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2009.

PITOMBO, L. M. **Estoques de carbono e nitrogênio e fluxos de gases do efeito estufa em solo com diferentes históricos de aplicação de lodo de esgoto**. Campinas, 2011. 61 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto Agronômico (IAC), Campinas, 2011.

PULLEMAN, M.M.; MARINISSEN, J.C.Y. Physical protection of mineralizable C in aggregates from long-term pasture and arable soil. **Geoderma**, v.120, p. 273-282, 2004.

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

RODELLA, A.A.; SABOYA, L.V. Calibration for conductimetric determination of carbon dioxide. **Soil Biology and Biochemistry**, v.31, p.2059-2060, 1999.

SIX, J., FELLER, C., DENEFF, K., OGLE, S.M., SA, J.C.D., ALBRECHT, A. Soil organic matter, biota and aggregation in temperate and tropical soils-effect of no-tillage. **Agronomie**, v. 22, p.755–775, 2002.

SOLLINS, P.; HOMANN, P.; CALDWELL, B.A. Stabilization and destabilization of soil organic matter: Mechanisms and controls. **Geoderma**, v. 74, p.65-105, 1996.

SOUZA, Z. M.; BEUTLER, A. N.; MELO, V. P.; MELO, W. J. Estabilidade de agregados e resistência à penetração em latossolos adubados por cinco anos com biossólido. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.29, p.117-123, 2005.

STEVENSON, F.J.; **Humus Chemistry: genesis, composition, reactions**. **John Wiley & Sons, Inc.**; New York, 1994.

TISDALL, J.M.; OADES, J.M. Organic matter and water-stable aggregates in soils. **Journal of Soil Science**, Oxford, v.33, n.2, p.141–163, 1982.