

ASPECTOS EXPERIMENTAIS NA AVALIAÇÃO DA DINÂMICA DE MINERALIZAÇÃO DE NITROGÊNIO DE LODOS DE ESGOTO ANAERÓBIOS EM LABORATÓRIO

R. C. Boeira

Embrapa Meio Ambiente – Caixa Postal 69 – Jaguariúna, SP, Brasil – CEP: 13820-000

e-mail: rcboeira@cnpma.embrapa.br

RESUMO

A utilização segura de lodos de esgoto anaeróbios na agricultura deve ser feita com base em critérios estabelecidos por meio de pesquisas, que envolvem diversos aspectos, como composição em nutrientes e em metais pesados, compostos tóxicos ou presença de patógenos, ou ainda seu potencial de salinização ou de acidificação de solos.

O nitrogênio confere a esses resíduos um grande valor fertilizante, pois encontra-se presente em elevados teores, principalmente em formas proteicas. Esses compostos nitrogenados, após sua decomposição, serão disponibilizadas às plantas. Se, porém, as quantidades disponibilizadas excederem a capacidade de absorção das plantas, surge o risco ambiental de contaminação de corpos d'água subsuperficiais com nitrato.

Pode-se estimar as quantidades de N contidas nos lodos de esgoto que sejam potencialmente disponíveis às plantas no solo, avaliando-se a dinâmica de mineralização de N em laboratório. Utilizando-se metodologias de incubação, obtêm-se estimativas da fração de mineralização do N-orgânico do lodo no solo estudado. Esta informação é imprescindível para o uso agrícola de lodos de esgoto, quando se toma como critério de quantidades a aplicar a disponibilidade de N mineral.

Assim, como muitos dos processos de transformação e de armazenamento na dinâmica de mineralização de N em solos são de origem microbiológica, diversas variáveis experimentais influem no comportamento do resíduo que está sendo avaliado.

Em experimentos com incubação aeróbia de lodos de esgoto, é importante que seja adequadamente definida a profundidade de coleta do solo em estudo, a umidade da amostra, o tipo de peneiramento, a necessidade de pré-incubação do mesmo com corretivos para elevação do pH; com os lodos de esgoto, o tipo de amostragem, umidade e tipo de peneiramento das amostras do material podem afetar os resultados.

Na condução de incubações aeróbias sem lixiviação, aspectos relacionados à mistura do lodo com o solo, à necessidade da determinação prévia das umidades de cada material e da correção das quantidades de solo e de lodo de cada tratamento em função de suas umidades, e outros fatores experimentais devem ser considerados.

Na condução de incubações aeróbias com lixiviação, o empacotamento da coluna, a necessidade de determinação prévia da pressão a ser aplicada ao solo após cada lixiviação, mantendo-o em capacidade de campo, a necessidade de avaliação do volume de solução lixiviado, bem como da massa de solo carregada em cada lixiviação são comentados, entre outros fatores.

Outros aspectos experimentais envolvidos durante a condução das incubações aeróbias, com ou sem lixiviação, são também enfocados, incluindo-se considerações acerca de incubações anaeróbias.

INTRODUÇÃO

A não-disponibilidade de N orgânico às plantas e a transformação desse N em formas inorgânicas, disponíveis às plantas, são a base de um programa de uso agrícola de lodo de esgoto.

Assim, como o N orgânico tem que ser mineralizado para que as plantas possam aproveitá-lo, a taxa de mineralização de N é extremamente importante.

Os processos envolvidos nas transformações e armazenamento de nitrogênio no solo podem ser previstos com razoável nível de acerto, e devem ser considerados o mais apuradamente possível quando se tem a intenção de utilizar lodos de esgoto como adubo, e quando os limites de nitrogênio que os mesmos podem liberar serão utilizados como critério das dosagens a aplicar no solo, conjuntamente com as necessidades das culturas implantadas na área.

Na dinâmica de mineralização dos lodos de esgoto aplicados em solo sobressaem-se os seguintes processos:

1. Mineralização: a amonificação e a nitrificação são as duas reações iniciais do processo de mineralização. A amonificação ocorre pela ação de bactérias e a nitrificação é um processo acidificante, resultante da ação de Nitrobacter e espécies relacionadas. A temperatura ideal para a nitrificação está entre 24° C e 35° C e o pH ótimo situa-se entre neutro e levemente alcalino;
2. Desnitrificação: é a conversão de nitrato a gases (óxido nitroso e nitrogênio), resultante de reações químicas ou biológicas; requer matéria orgânica. Esta forma de perda de nitrogênio pode ser esperada quando se aplica o resíduo ao solo, dada a grande oferta de nitrato e de carbono ao solo (a partir do lodo) (Bijay-Singh et al. 1988), especialmente se a aplicação coincide com épocas chuvosas;
3. Volatilização: as perdas de nitrogênio podem ocorrer logo após a aplicação de lodo de esgoto, como observaram Andrade & Mattiazzo (1999), e podem ser minimizadas com a incorporação do resíduo ao solo;
4. Absorção pelas plantas: a proporção de nitrogênio que é assimilada pelas plantas varia conforme a planta, profundidade e distribuição do sistema radicular, entre outros fatores, e a taxa de absorção é variável durante o ciclo de crescimento, sendo portanto dependente de variáveis de manejo e ambientais;
5. Armazenamento de N inorgânico no solo: ocorre no solo principalmente pelos processos de fixação de $N-NH_4^+$ pelos minerais de argila, retenção de $N-NH_4^+$ como cátion trocável, e imobilização na matéria orgânica do solo.

O uso adequado de lodos de esgoto para fins de adubação nitrogenada deve visar a eficiente utilização do elemento, essencial para o crescimento vegetal, com um mínimo de perdas, seja por percolação, por volatilização, por desnitrificação ou por arraste

superficial. Com esta finalidade, emprega-se a estimativa da fração de mineralização de lodos de esgoto nos cálculos das taxas agronômicas de aplicação, parâmetro exigido por órgãos ambientais para o uso agrícola do resíduo no Brasil e que pode ser intensamente afetado por diversas variáveis, aqui consideradas, para o caso de estudos em laboratório que envolvem os processos dinâmicos acima citados. A normalização para o Estado de São Paulo (CETESB, 1999), faculta o uso de frações de mineralização do N orgânico indicadas em bibliografia, mas em virtude da importância do aproveitamento do N dos lodos de esgoto para as culturas, recomenda a determinação específica do parâmetro para cada projeto de uso agrícola que lhe seja submetido.

MÉTODOS

As taxas e a fração de mineralização de resíduos podem ser estimadas por várias metodologias, desenvolvidas em diversos laboratórios, conhecendo-se a capacidade de mineralização de N em solo não tratado e em solo tratado com lodo de esgoto, por meio de incubações nas quais avalia-se a produção de N mineral *versus* tempo.

As incubações podem ser aeróbias ou anaeróbias, e podem ter duração variável.

Em geral, tem-se como premissa a suposição de que não ocorra *priming effect* (Hsieh et al., 1981), ou seja, que a adição de lodo ao solo não altera a mineralização do N orgânico originalmente presente no solo, conforme resultados de Sikora & Yakovchenko (1996).

DISCUSSÃO

Diversas variáveis experimentais influenciam os resultados a serem obtidos nos experimentos laboratoriais de avaliação da dinâmica de mineralização de N de lodos de esgoto em solos.

Quanto ao solo que será utilizado, deve-se inicialmente definir a que profundidade será feita a coleta das amostras que serão incubadas, considerando-se se o lodo de esgoto será ou não incorporado na área agrícola, e se isto será feito em área total ou em sulcos.

Uma vez coletado, o grau de umidade em que o solo será mantido até o início do experimento é um fator importante. A secagem do solo pode superestimar a fração de mineralização, em função da grande quantidade de biomassa microbiana morta que é imediatamente mineralizada ao se re-umedecer o solo (Kieft et al., 1987).

Outro fator que contribui para que a avaliação da mineralização possa ser superestimada é a homogeneização do solo; quanto menor o tamanho da malha utilizada no peneiramento da amostra, maior é a exposição da matéria orgânica lábil, que em condições naturais (campo) encontra-se protegida nos agregados (Ross et al., 1985).

Por outro lado, perdas por desnitrificação e/ou volatilização podem subestimar esta mineralização, embora Terry et al. (1981) tenham encontrado perdas inferiores a 0,1% quando o lodo foi incorporado ao solo.

Antes da instalação destes experimentos, é necessário dispor-se de um razoável período de tempo para avaliações preliminares e/ou correções de algumas propriedades de solo, a seguir detalhadas.

Considerando-se que a maioria dos solos brasileiros são ácidos, e que lodos de esgotos são potencialmente acidificantes do solo (quando não são caleados), a acidez das amostras de terra em que será avaliada a mineralização do lodo deverá ser previamente corrigida, o que também deve ser feito na área de produção (campo). Este cuidado visa diminuir riscos ambientais de contaminação, sendo recomendado que o pH em água deve ser mantido no mínimo a 5,3 para aplicação de resíduos em solos ácidos de clima tropical (Mattiazzo-Prezotto, 1994). Para isso, deve ser adequadamente previsto o tempo necessário para a obtenção de curvas de neutralização em laboratório (um a três meses), com as quais determina-se a quantidade de corretivo que será aplicada. Aplica-se então o corretivo de acidez, na dosagem estipulada, às amostras do solo a ser utilizado no experimento de mineralização, as quais deverão ser mantidas em condições de umidade adequadas e durante tempo suficiente para que as reações de neutralização ocorram. Ainda, são necessários vários dias para avaliação da capacidade de campo, determinada em panelas de Richards ou em mesa de tensão, visando-se estipular a umidade adequada a ser mantida no solo durante a incubação.

Considerando-se o lodo de esgoto, a amostragem da leira da qual será retirado o material que será aplicado em campo deve ser bastante cuidadosa, em função das diferenças nos teores de N inorgânico que podem ocorrer entre a superfície e a parte interna das leiras de lodo, ou ainda nas várias alturas no perfil das mesmas (Carneiro et al., 2003), especialmente quando ocorre precipitação intensa, ou o resíduo encontra-se armazenado há bastante tempo.

Coletadas as amostras úmidas de lodo, em parte delas deverá proceder-se às análises de N com base úmida, que é a forma com que mais provavelmente será aplicado em campo, nas condições atuais brasileiras. Para a incubação em laboratório, outra parte da amostra de lodo deverá ser secada, à sombra e ao ar livre, preferencialmente, pois a utilização de amostra úmida é praticamente impeditiva à adequada homogeneização com o solo, em virtude das pequenas quantidades utilizadas, dificultando as amostragens necessárias no decorrer da incubação. A secagem desse resíduo é bastante lenta, com tendência a formar crostas externas nos grumos, os quais mantêm-se úmidos internamente. De modo geral, a secagem de lodos anaeróbios estocados há pouco tempo reduz sensivelmente seu teor relativo de N, principalmente na forma amoniacal; podem prevalecer perdas de outras formas no caso de condições ambientais favoráveis e longa estocagem. Na Tabela 1, pode-se observar que a magnitude dessas perdas pode ser bastante grande; o teor de N amoniacal no lodo úmido foi reduzido de cerca de 1% para 0,3% no lodo de esgoto seco.

Tabela 1. Teor de N-Kjeldahl e teor de N- NH_4^+ relativo ao N-Kjeldahl em lodo de esgoto coletado em 2000 na Estação de Tratamento de Esgoto de Franca/SP, Brasil.

	Teor de água	N-Kjeldahl	N- NH_4^+
	----- % -----		% do N-Kjeldahl
Lodo úmido	79,3	6,8	15
Lodo seco	6,0	5,1	6

Dadas essas diferenças entre o lodo de esgoto que é aplicado em campo, que em geral possui elevado teor de água, e o lodo que se utiliza no experimento de mineralização (seco, para permitir homogeneização adequada com o solo), os dados que serão obtidos em laboratório não permitem que se façam correlações diretas quanto ao comportamento que o lodo apresenta nas duas situações.

No processo de secagem, os grumos que se formam podem ser grandes e bastante firmes, podendo tornar-se necessário que se faça o peneiramento da amostra. Na Tabela 2, observa-se que a produção de N inorgânico de amostras de lodo de esgoto incubadas anaerobiamente só não foi afetada pelo tamanho de partícula (1 ou 2 mm) quando o resíduo foi aplicado ao solo em doses bastante elevadas (acima de 10 Mg/ha). Ressalte-se que, para este lodo, oriundo da cidade de Franca/SP, Brasil, as doses agrônômicas recomendadas para cultivo de milho não têm ultrapassado 5 Mg/ha (base seca), em experimento que vem sendo conduzido em campo há quatro anos na Embrapa Meio Ambiente, em latossolo. Portanto, o grau de peneiramento do lodo é um fator a ser considerado no experimento de incubação, pois utilizando-se grandes grumos do resíduo pode-se subestimar seu potencial de mineralização de N.

Tabela 2. Influência do tamanho da malha de peneiramento de lodo de esgoto coletado em 1999 na Estação de Tratamento de Esgoto de Franca/SP, Brasil, incubado com latossolo em condições anaeróbias durante sete dias, sobre o teor de N- NH_4^+ produzido.

Dose de lodo de esgoto (Mg/ha)	Peneira 1mm	Peneira 2mm
	N- NH_4^+ (mg/kg)	
5	34	22
10	50	45
20	70	73
40	117	109
80	227	251

Na instalação e condução das incubações, vários outros fatores atuam.

Na incubação aeróbia de misturas [solo + lodo de esgoto] durante certo período, as avaliações de N mineral produzido ao longo do tempo podem ser feitas através de extrações periódicas do solo (sem lixiviação) ou através da coleta periódica da solução percolada em uma coluna (com lixiviação).

Na incubação aeróbia sem lixiviação, as pequenas doses de lodo que são utilizadas (1 a 30 g de lodo de esgoto por kg de solo) são de difícil homogeneização, levando a

problemas de amostragem, em especial nos primeiros dias do experimento. Há necessidade de correção das massas de solo e de lodo a serem pesadas, para cada tratamento, em função da umidade atual e da umidade determinada após secagem a 105°C durante 24 horas. Após a composição dos tratamentos, que consistem em várias doses de lodo aplicadas ao solo, os mesmos devem ser umedecidos, por pesagem, para elevação da umidade à capacidade de campo.

No decorrer do experimento, a temperatura e umidade do ar podem ser controladas, além da umidade nos tratamentos, que deve ser mantida e controlada por pesagens freqüentes. Outros fatores a considerar, no caso de utilização de microcosmos com os tratamentos, são o tamanho de cada unidade experimental, bem como a possibilidade de homogeneização periódica dos tratamentos. Com relação ao tamanho, o microcosmo deverá ser suficientemente grande para permitir que haja material suficiente para todas as amostragens que serão feitas no decorrer da incubação, pois a amostragem periódica reduz a quantidade de [mistura + lodo de esgoto] nos mesmos. Observe-se ainda que, a cada amostragem, a quantidade de água a ser repostada deve ser recalculada. Quanto à reposição de água, esta pode causar encrostamento superficial do solo nas parcelas experimentais, prejudicando as trocas gasosas, de grande influência no comportamento que se está observando, isto é, a mineralização de N do lodo de esgoto.

O tempo de duração do experimento pode ser de longo prazo (acima de 90 dias), já que o N orgânico presente em lodos de esgoto apresenta maior velocidade de mineralização no início da incubação, com posterior decréscimo desta taxa (Parker & Sommers, 1983; Banerjee et al, 1997), e em conseqüência este fator deve ser considerado no momento da calibração entre os resultados obtidos em laboratório e o comportamento esperado em campo.

Com os dados experimentais coletados, o comportamento observado poderá ser descrito ajustando-se os dados obtidos a diversos modelos matemáticos empíricos utilizados na descrição da mineralização de N (Stanford & Smith, 1972; Molina et al., 1980; Ellert & Bettany, 1988; etc), os quais poderão ser comparados através de critérios estatísticos, para escolha do mais adequado à situação em estudo, obtendo-se a taxa de mineralização e a fração de mineralização potenciais do resíduo, entre outros parâmetros.

Na incubação aeróbia com lixiviação, deverão ser considerados os mesmos pontos já referidos para a incubação sem lixiviação, no tocante ao preparo das amostras de solo e de lodo de esgoto. Em solos argilosos, pode-se utilizar areia ou outro material inerte que deve ser adicionado às misturas [solo + lodo de esgoto] com o objetivo de garantir adequada aeração nas colunas. No caso de areia, esta deverá ser adequadamente lavada com ácido e tratada em mufla a altas temperaturas, visando-se eliminar quaisquer resquícios de matéria orgânica que possam interferir nos dados experimentais, e peneirada. A melhor relação areia:[solo + lodo] a ser utilizada no experimento deverá ser previamente determinada, bem como deve-se avaliar qual a pressão a aplicar nas colunas, e durante quanto tempo, para retirada do excesso de solução que é retida no solo, a fim de restaurar-se as condições de aerobiose a cada lixiviação, mantendo-se os tratamentos em capacidade de campo. A solução de lixiviação a aplicar também pode ser previamente avaliada, definindo-se qual a quantidade a aplicar, em função do

tamanho da coluna e do tempo de lixiviação, e qual a concentração a utilizar, em função do que se espera extrair de N mineral. O volume de solução lixiviada recolhida é, freqüentemente, levemente distinto entre as colunas, dadas as dificuldades de perfeita homogeneização dos tratamentos durante o empacotamento das colunas, mesmo entre as repetições de um mesmo tratamento, devendo ser portanto criteriosamente avaliado por meio de pesagens. Nos cálculos, devem também ser consideradas as perdas de solo das colunas, as quais ocorrem a cada lixiviação, em função do arraste de partículas finas, o que pôde ser verificado com latossolo, onde constataram-se perdas percentuais por arraste de até 3,5% da massa de [solo + lodo] da coluna.

O alto custo das incubações aeróbias e o longo tempo necessário até a obtenção do percentual de N potencialmente mineralizável no resíduo das estações de tratamento de esgoto é, sem dúvida, um fator limitante a seu emprego generalizado em projetos agrícolas que visem a utilização ambientalmente segura de lodos de esgotos. Isto é reforçado pela variação que pode ocorrer nos diversos lotes produzidos em cada estação de tratamento, bem como nas diferentes épocas do ano, acarretando a necessidade de um número ainda maior de determinações das taxas de mineralização. A incubação anaeróbia, conduzida durante sete dias e que requer duas determinações, apenas, de N amoniacal (no início e no final do experimento) (Bundy & Meisinger, 1994), pode tornar-se uma metodologia alternativa, menos onerosa e mais rápida, para se trabalhar com lodo de esgoto.

CONCLUSÃO

A avaliação da dinâmica de mineralização de nitrogênio orgânico de lodos de esgoto em solos tropicais por meio de metodologias de incubação em laboratório é influenciada por grande número de variáveis, sendo por isso desejável que se proceda à validação do(s) modelo(s) obtido(s), por meio de pesquisas em campo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANDRADE, C. A.; MATTIAZZO, M. E. Volatilização de amônia após adição de lodo de esgoto a um Latossolo Vermelho-Amarelo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 25., 1999, Brasília, D.F. Anais... Brasília: SBCS, 1999.
2. BANERJEE, M.R.; BURTON, D.L.; DEPOE, S. Impact of sewage sludge application on soil biological characteristics. *Agriculture, Ecosystems and Environment*, Oxford, v.66, n. 3, p.241-249, 1997.
3. BIJAY-SINGH; RYDEN, J. C.; WHITEHEAD, D. C. Some relationships between denitrification potencial and fractions of organic carbon in air-dried and fiels-moist soils. *Soil Biology and Biochemistry*, v. 20, n. 5, p. 737-741, 1988.
4. BUNDY, L.G.; MEISINGER, J.J. Nitrogen availability indices. In: WEAVER, R. W.; ANGLE, S.; BOTTOMLEY, P.; BEZDICEK, D.; SMITH, S.; TABATABAI, A.; WOLLUM, A. (Ed.). *Methods of soil analysis. Part 2. Microbiological and biochemical properties*. Madison: Soil Science Society of America, 1994. p. 951-984.

5. CARNEIRO, C.; SOTTOMAIOR, A. P.; V.ANDREOLI, C. Estudo da dinâmica de nitrogênio em perfil de lodo de esgoto. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 29., 2003, Ribeirão Preto, SP. Anais... Brasília: SBCS, 2003.CD-ROM.
6. CETESB. Aplicação de lodos de sistemas de tratamento biológico em áreas agrícolas: critérios para projeto e operação. São Paulo: CETESB, 1999. 32 p. (CETESB. Manual Técnico, P 4.230).
7. ELLERT, B. H.; BETTANY, J. R. Comparison of kinetic models for describing net sulfur and nitrogen mineralization. *Soil Science Society of America Journal*, v. 52, p. 1692-1702, 1988.
8. HSIEH, Y. P.; LOWELL, A. D.; MOTTO, H. L. Modeling sewage sludge decomposition in soil: II. Nitrogen transformations. *Journal of Environmental Quality*, v. 10, n. 1, p. 59-64, 1981.
9. KIEFT, T. L.; SOROKER, E.; FIRESTONE, M. K. Microbial biomass response to a rapid increase in water potential when dry soil is wetted. *Soil Biology and Biochemistry*, v. 19, p. 119-126, 1987.
10. MATTIAZZO-PREZOTTO, M. E. Comportamento de cobre, cádmio, cromo, níquel e zinco adicionados a solos de clima tropical em diferentes valores de pH. 1994. 197 p. Tese (Livre-docência) - ESALQ-USP, Piracicaba, 1994
11. MOLINA, J. A. E.; CLAPP, C. E.; LARSON, W. E. Potentially mineralizable nitrogen in soil: the simple exponential model does not apply for the first 12 weeks of incubation. *Soil Science Society of America Journal*, v. 44, p. 442-443, 1980.
12. PARKER, C.F.; SOMMERS, L.E. Mineralization of nitrogen in sewage sludges. *Journal of Environmental Quality*, Madison, v. 12, n.1, p. 150-156, 1983.
13. ROSS, D. J.; SPEIR, T. W.; TATE, K. R.; ORCHARD, V. A. Effects of sieving on estimations of microbial biomass, and carbon and nitrogen mineralization, in soil under pasture. *Australian Journal of Soil Research*, v. 23, p. 319-324, 1985.
14. SIKORA, L.J.; YAKOVCHENKO, V. Soil organic matter mineralization after compost amendment. *Soil Science Society of American Journal*, v. 60, n. 5, p. 1401-1404, 1996.
15. STANFORD, G. Extractable organic nitrogen and nitrogen mineralization in soils. *Soil Science*, v. 106, n. 5, p. 345-351, 1968.
16. TERRY, R. E.; NELSON, D. W.; SOMMERS, L. E. Nitrogen transformation in sewage sludge-amended soils as affected by soil environmental factors. *Soil Science Society of America Journal*, v. 45, n. 3, p. 506-513, 1981.