

**INSTITUTO AGRONÔMICO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
AGRICULTURA TROPICAL E SUBTROPICAL**

**MÉTODOS PARA A ESTIMATIVA DO NITROGÊNIO
DISPONÍVEL PARA PLANTAS EM RESÍDUOS
ORGÂNICOS**

JESSICA ZUANAZZI FIORITTI CORBO

**Orientadora: Dra. Aline Renée Coscione
Co-orientadora: Dra. Adriana Marlene Moreno Pires**

Tese apresentada como para obtenção do título de **Doutora** em Agricultura Tropical e Subtropical, Área de Concentração em Gestão de Recursos Agroambientais.

Campinas, SP
2019

A persistência é o caminho do êxito

“Charles Chaplin”

DEDICO

A minha querida família, que em todos os momentos de minha vida esteve ao meu lado, e por serem responsáveis por tornar meus sonhos possíveis.

Amo muito vocês!!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela oportunidade de chegar até aqui, pela vida e por sempre me guiar.

Ao Instituto Agronômico e Embrapa Meio Ambiente pela oportunidade de desenvolvimento do projeto de doutorado.

Ao programa CAPES-Embrapa pela concessão da bolsa de estudos.

A minha família que tanto amo, a minha mãe Ivete, pelo carinho, amor, puxão de orelha e incentivo, ao meu pai Edson (*in memoriam*), por ser meu exemplo, por tudo que passamos juntos e por todo amor e carinho. A minha irmã e melhor amiga Pamela, ao meu irmão Rafael, por toda a ajuda, companheirismo, otimismo e por terem acreditado em mim. Amo vocês!!

A minha sobrinha querida, linda e amada Piettra, por me amar e me alegrar nas horas difíceis e estressantes. Te amo Pipiii!!!

A minha orientadora, Dra. Aline Renée Coscione, pela amizade, paciência, dedicação, confiança, ajuda e principalmente por acreditar em mim. Muito obrigada!

Ao meu namorado Mateus Pulini, por toda ajuda, incentivo e amor. Suas palavras foram essenciais para meu crescimento. Obrigada e Te amo!!

A minha prima e amiga Gabriela, que está sempre por perto ser minha companheira e me animar nos dias tristes. Ser meu conforto e conselheira, você é uma grande amiga. Te adoro!!

Aos grandes amigos que conquistei e que sempre me acompanharam durante essa jornada: Isabella Lucon, Douglas Delaqua, Ruan Carnier, Luciana Taminato, Rodrigo Moreira, Silvia Bandoni, Patrícia Goes, Rimena Domingues, Thais, João, Dr. Ronaldo Berton, Edilson Cavalli, Inaê Alves. Espero que nossa amizade continue.

Aos funcionários de Laboratório Douglas e Luciana, que ajudaram nas análises e dúvidas. Obrigadaa!

Aos membros da banca examinadora, pelas críticas e sugestões construtivas dadas a esta tese. Aos pesquisadores Dra. Adriana Pires e Dr. Cristiano Andrade pela amizade, confiança e sugestões ao trabalho.

Enfim, a todos que direta ou indiretamente contribuíram para que fosse possível a realização deste trabalho. Muito obrigada!

SUMÁRIO

RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
1 INTRODUÇÃO GERAL	9
2 REVISÃO DE LITERATURA	11
2.1 Mineralização e disponibilidade de nitrogênio para as plantas	11
2.2 Potencial dos resíduos orgânicos como fonte de nitrogênio para as plantas	14
2.3 Métodos para determinação de N fitodisponível em resíduos orgânicos	17
3. MATERIAL E MÉTODOS	22
3.1 Caracterização do solo e dos resíduos orgânicos	22
3.1.1 Solo	22
3.1.2 Resíduos orgânicos	24
3.2 Determinação N em resíduos orgânicos	27
3.2.1 Método biológico de incubação aeróbia	27
3.2.2 Método biológico de incubação anaeróbia	30
3.2.3 Métodos químicos	32
3.3 Fitodisponibilidade de nitrogênio em resíduos orgânicos	35
3.4 Análises estatísticas	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
4.1 Determinação do N fitodisponível em resíduos orgânicos estimado pelo método de incubação aeróbica	38
4.2 Determinação do N fitodisponível de resíduos orgânicos estimado por incubação anaeróbica	46
4.3 Determinação do nitrogênio fitodisponível em resíduos orgânicos pelos métodos químicos	50
4.4. Fitodisponibilidade do nitrogênio em resíduos orgânicos	55
4.3.1 Correlação entre os métodos biológicos de incubação, N extraído pelos químicos e a eficiência de uso de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária	59
5. CONCLUSÕES	64
6. REFERÊNCIAS	65
ANEXO	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Atributos físicos e químicos do solo utilizado nos experimentos de laboratório e casa de vegetação.	23
Tabela 2. Resíduos orgânicos utilizados nos experimentos de laboratório e em casa de vegetação.	24
Tabela 3. Características químicas dos resíduos orgânicos utilizados nos experimentos.	26
Tabela 4. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do primeiro grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.	39
Tabela 5. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do segundo grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.	41
Tabela 6. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do terceiro grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.	42
Tabela 7. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do quarto grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.	43
Tabela 8. Cálculo para obtenção da taxa de mineralização do nitrogênio em função dos resíduos orgânicos.	44
Tabela 9. Parâmetros da equação de cinética de primeira ordem ajustados aos dados de mineralização de N dos tratamentos com diferentes doses (base seca) dos resíduos observados no experimento de incubação aeróbia.	45
Tabela 10. Nitrogênio inorgânico total extraído, mineralizado e taxa de mineralização de N após sete dias de incubação anaeróbica.	47
Tabela 11. Valores médios de nitrogênio (g kg^{-1}) extraído com os métodos químicos estudados, nitrogênio inorgânico total e nitrogênio Kjeldahl para os 11 resíduos orgânicos.	52
Tabela 12. Coeficiente de correlação de Pearson (r) entre os métodos químicos testados, teores de nitrogênio inorgânico e nitrogênio Kjeldahl obtidos na caracterização dos resíduos orgânicos.	54
Tabela 13. Coeficiente de correlação de Pearson (r) entre o N extraído pelos métodos químicos ISNT e KMnO_4 com as quantidades de N mineralizadas nos métodos biológicos de incubação sob condições aeróbicas e anaeróbicas.	55
Tabela 14. Valores médios da massa seca e concentração de nitrogênio (N) na parte aérea da <i>Braquiária decumbes</i> no primeiro, segundo e terceiro corte em função das fontes nitrogenadas.	56
Tabela 15. Índice de eficiência de uso de nitrogênio (%) em função das fontes nitrogenadas.	58

Tabela 16. Coeficientes de correlação linear (r) entre os valores de TMN obtidos nos métodos biológicos de incubação, N extraído pelos métodos químicos e a eficiência de uso de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária	59
Tabela 17. Especificações exigidas pelo MAPA para fertilizantes orgânicos (IN 25/2009) ...	78
Tabela 18. Limites máximos de contaminantes admitidos em fertilizantes orgânicos pelo MAPA (IN 7/2016).....	78
Tabela 19. Elementos traço nos resíduos e os valores máximos permitidos de contaminantes pela legislação referente a resíduos orgânicos ¹ e ao lodo de esgoto ²	79
Tabela 20. Concentração de macro e micronutrientes nos resíduos orgânicos.	80
Tabela 21. Quantidade de resíduos orgânicos adicionados (g kg^{-1}) em cada parcela experimental do método biológico e químico	81
Tabela 22. Coeficientes de correlação linear (r) entre os valores de TMN obtidos nos métodos biológicos de incubação e as quantidades acumulada (QA) de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária.....	85

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Recipiente hermeticamente fechado (Marson jar) com as adaptações para determinação do N pelo método Illinois Soil Nitrogen Test (N-ISNT). (a) antes e (b) após o aquecimento das amostras. 35
- Figura 2. Correlação entre as taxas de mineralização de N (%), em 7 dias de incubação anaeróbia e em 126 dias de incubação aeróbia. 49
- Figura 3. Teor médio do N extraído pelos métodos químicos em relação ao N Kjeldahl obtido na caracterização dos 11 resíduos. 50
- Figura 4. Valores médios do nitrogênio (N) absorvido acumulado¹ na parte aérea no primeiro, segundo e terceiro corte da *Braquiária decumbes* em função das fontes nitrogenadas. ⁽¹⁾ somatória do N absorvido na parte aérea dos três cortes (primeiro, segundo, terceiro). Doses de N: D1: 150 mg kg⁻¹; D2: 300 mg kg⁻¹ e D3: 450 mg kg⁻¹. 57
- Figura 5. Correlações entre o índice de eficiência do resíduo orgânico como fonte de N para capim-braquiária obtidas após 123 dias de experimento e a taxa de mineralização do nitrogênio em 126 dias de incubação aeróbia. * significativo 5%. (A) com esterco poedeira (B) excluído o resíduo esterco poedeira. 60
- Figura 6. Correlações entre o índice de eficiência do resíduo orgânico como fonte de N para capim-braquiária obtidas após 123 dias de experimento e a taxa de mineralização do nitrogênio em sete dias de incubação anaeróbia. * significativo 5%. (a) com esterco poedeira (b) excluído o resíduo esterco poedeira. 61

Métodos para a estimativa do nitrogênio disponível para plantas em resíduos orgânicos

RESUMO

São muitos os fertilizantes orgânicos de origem industrial, urbana e agrícola que podem ser utilizados na agricultura. Entretanto, a sua utilização deve ser de forma adequada, que atenda a legislação vigente de recomendação de doses, a fim de evitar a contaminação ambiental, principalmente devido à lixiviação de nitrato. Dessa forma, avaliar com predição a liberação do nitrogênio (N) na decomposição dos fertilizantes é essencial para basear boas práticas ambientais. A taxa de mineralização do nitrogênio (TMN) pode ser estimada por vários métodos, porém o mais utilizado e citado em normas envolve a incubação aeróbia de longa duração, estimando-se a fração de mineralização pela quantificação das formas inorgânicas de N (NH_4^+ e NO_3^-) acumuladas no tempo. No entanto, o método é trabalhoso, de alto custo e demanda muito tempo. O método de incubação anaeróbia e os métodos químicos podem ser uma alternativa para estimar o N disponível nos fertilizantes orgânicos, uma vez que, geralmente são práticos, operacionais e de baixo custo. O objetivo deste estudo foi avaliar métodos analíticos operacionais na rotina de laboratório para estimar o nitrogênio disponível para as plantas em resíduos orgânicos. Foram selecionados 11 resíduos orgânicos provenientes de diferentes origens. Os métodos químicos avaliados foram: água fria e quente; bicarbonato de sódio (NaHCO_3) $0,01 \text{ mol L}^{-1}$; cloreto de potássio (KCl) 2 mol L^{-1} à quente, oxidação com permanganato de potássio (KMnO_4) $0,33 \text{ mol L}^{-1}$ e Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT). Para determinação da mineralização do N pelos métodos biológicos, as amostras de resíduos foram incubadas aerobicamente a 28°C por 126 dias e anaerobicamente (alagadas) a 40°C por sete dias. A eficiência dos resíduos avaliados no fornecimento do N para as plantas, foi avaliada em casa de vegetação, com o cultivo de capim-braquiária (*Brachiaria decumbens*). O comportamento da mineralização do N na incubação aeróbia foi semelhante ao encontrado na incubação anaeróbia, o que permitiu separar grupos de resíduos com taxa de mineralização (TMN) similares. O N recuperado pela incubação anaeróbia representa 48% da incubação aeróbia. Para ambos os métodos, o maior valor de TMN foi encontrado para torta de mamona e lodo seco (6,3% de $\text{N}_{\text{kjeldahl}}$, C / N = 7 e 5,4% de $\text{N}_{\text{kjeldahl}}$, C / N = 5,6, respectivamente). Por outro lado, o menor valor de TMN foi encontrado para torta de filtro em ambos os métodos (0,12% de $\text{N}_{\text{kjeldahl}}$, C / N = 46). Os métodos químicos ISNT e KMnO_4 apresentaram correlações significativas o N mineralizado incubação aeróbica ($r = 0,66$ e $0,74$, respectivamente) e com o N mineralizado na incubação anaeróbica ($r = 0,76$ e $0,79$, respectivamente), porém esses não foram capazes de prever o N fitodisponível. A quantidade de nitrogênio fitodisponível estimada pelo método biológico de incubação anaeróbia de curta duração foi o que mais aproximou das quantidades de N absorvido por plantas de capim-braquiária em casa de vegetação, sendo considerado o mais promissor em prever a fitodisponibilidade de N provenientes de resíduos orgânicos.

Palavras-chaves: métodos químicos, absorção de nutrientes, decomposição, mineralização de nitrogênio, fertilizante orgânico.

Methods for estimation of nitrogen available for plants in organic waste

ABSTRACT

There are many organic wastes of industrial, urban and agricultural origin that can be used in agriculture. However, its use must be in an adequate manner, complying with the current legislation, in order to avoid environmental contamination, mainly due to nitrate leaching. Thus, predicting the release of nitrogen (N) in the decomposition of waste is essential to good environmental practices. Nitrogen mineralization rate (NMR) can be estimated by several methods. Long-term aerobic incubation is the standard technique used to estimate the potentially mineralizable N along the time. However, the technique is laborious, expensive and time-consuming. The anaerobic incubation method and chemical methods can be an alternative to estimate the N available in organic waste because they since they are usually practical, operational and inexpensive. In this context, the objective of this study was to evaluate operational methods to estimate the phytoavailability of nitrogen of organic wastes. Eleven organic wastes from different organic sources were selected. The chemical methods evaluated were: cold and hot water. bicarbonate solution (NaHCO_3) 0.01 mol L^{-1} ; hot potassium chloride (KCl) 2 mol L^{-1} , oxidation with potassium permanganate (KMnO_4) 0.33 mol L^{-1} and Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT). For the determination of N mineralization by biologic methods, the samples were incubated aerobically at 28°C for 126 days and anaerobically (flooded) at 40°C for seven days. The efficiency of organic wastes in supply N to the plants was conducted in a greenhouse using *Brachiaria* grass (*Brachiaria decumbens*). Aerobic and anaerobic incubation produced similar results, which allowed separating groups of wastes with similar N mineralization rate (NMR). The N recovered by the anaerobic incubation represents 48% of the aerobic incubation. For both methods, the highest NMR value was found for castor bean cake and dry sludge (6.3% Nkjeldahl, C/N = 7 and 5.4% Nkjeldahl, C/N = 5.6, respectively) and the lowest value was found for sugar cane filter cake (0.12% of Nkjeldahl, C/N = 46). The chemical methods ISNT and KMnO_4 showed significant correlation with the N mineralized by aerobic incubation ($r = 0.66$ and 0.74 , respectively) and with the N mineralized by anaerobic incubation ($r = 0.76$ and 0.79 , respectively), but these did not were able to predict N available to the plant. The anaerobic incubation method was the one that most closely approached the amounts of N uptake by plants in the greenhouse, is considered the most promising in predicting plant N availability from waste organic.

Key words: chemical methods, nutriente absorption, decomposition, nitrogen mineralization, organic fertilizer.

1 INTRODUÇÃO GERAL

A busca por uma agricultura mais sustentável que inclui a redução da dependência da importação de fertilizantes minerais e o maior aproveitamento de subprodutos é uma necessidade e inclusive está contemplada no Plano Nacional de Resíduos Sólidos (Brasil, 2010). A reutilização de resíduos orgânicos como dejetos de animais, cama de frango, tortas vegetais, turfa, lodo de esgoto, lixo e subprodutos da agroindústria, é de grande interesse. Seu aproveitamento na agricultura como fertilizante e/ ou condicionador do solo, representa um destino final viável aos mesmos, além de torna-los úteis, já que sua aplicação pode melhorar as propriedades químicas, físicas e biológicas do solo, além da adição de nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K) e outros nutrientes.

O processo de decomposição e consequente liberação de nutrientes presentes nos materiais orgânicos está ligado essencialmente à população microbiana do solo e é controlado por características inerentes aos materiais, principalmente matriz orgânica (animal ou vegetal), grau de estabilidade (compostado ou *in natura*) e relação C/N. Tais características, em conjunto com fatores ambientais, principalmente temperatura e umidade, exercem influência sobre a velocidade das reações, de modo que é comum variações na taxa de decomposição e, consequentemente na mineralização do nitrogênio.

Embora a aplicação de resíduos orgânicos ao solo apresente muitas vantagens, ainda existem muitas questões sobre a viabilidade técnica e econômica sobre a aplicação desses no solo. Algumas dificuldades devem ser superadas para que a utilização desses na agricultura se torne uma prática viável e corriqueira. Entre as principais dificuldades está a dificuldade em se estimar a capacidade dos resíduos em fornecer N às plantas, devido ao dinamismo deste nutriente no solo e aos vários fatores bióticos e abióticos que influenciam a mineralização após a sua aplicação no solo.

Existem vários métodos que vêm sendo utilizados para estimar, a taxa de mineralização. O método padrão clássico recomendado, descrito em normas técnicas (USEPA, 1993; CETESB, 1999), é a incubação em condições aeróbias que consiste na incubação de misturas de solo e resíduos em frascos mantidos em condições aeróbias, com umidade e temperatura controladas, proporcionando um ambiente favorável para ação dos microrganismos. Embora o método de incubação aeróbica seja considerado referência para avaliar a disponibilidade de N ao longo do tempo, esse método é pouco prático para uso rotineiro por demandar longo período de avaliação (126 dias), ter custo relativamente alto e ser um procedimento de baixa

operacionalidade. Portanto, é importante que se avalie métodos mais simples, rápidos e que forneçam estimativas seguras sobre a capacidade de resíduos orgânicos no fornecimento de N para a planta.

Muitos métodos têm sido testados como alternativa para estimar o N fitodisponível, entre eles, diversos métodos químicos, os quais utilizam soluções ácidas, alcalinas ou salinas como extratores do N, e o método biológico com incubação anaeróbia. Este último é de curta duração e envolve a determinação do amônio disponibilizado após 7 ou 14 dias de incubação em condições anaeróbias.

Por esses motivos, o objetivo geral deste trabalho foi avaliar métodos analíticos operacionais na rotina de laboratório para estimar o nitrogênio disponível para as plantas em resíduos orgânicos. Diante do exposto, é possível formular a seguinte hipótese: pelo menos um dos métodos alternativos avaliados será eficiente em estimar a fitodisponibilidade de N. Com base na hipótese acima descrita, os objetivos específicos do trabalho foram: i) avaliar a extração do N disponível por meio de dois métodos biológicos e seis químicos (ii) estimar o N mineralizável usando método biológico rápido e avaliar sua eficiência em comparação com o método biológico padrão (iii) avaliar a existência de um método alternativo operacional no laboratório e que apresente boa correlação com a quantidade N absorvida por plantas em experimento em condições controladas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Mineralização e disponibilidade de nitrogênio para as plantas

O nitrogênio (N) é um dos elementos essenciais para o desenvolvimento das plantas e, frequentemente, limita a produção primária em ecossistemas aquáticos e terrestres. Esse elemento é um componente essencial de compostos celulares vegetais, incluindo proteínas, aminoácidos, ácidos nucléicos, clorofila e outros constituintes celulares (TAIZ & ZEIGER, 2009). Segundo VIEIRA (2017) as proteínas correspondem a aproximadamente 60% ou mais do nitrogênio total das plantas e de células microbianas. Devido à importância do nitrogênio para o desenvolvimento vegetal, a deficiência deste nutriente ocasiona sintomas como a redução no crescimento e a clorose nas folhas mais velhas, em função da redução na quantidade de clorofila produzida nas folhas (SOUZA & FERNANDES, 2006).

A atmosfera comporta grande parte do nitrogênio existente na Terra, que é encontrado na forma de gás (N_2), correspondendo a 78% da sua composição total. Contudo, apesar da sua abundância na atmosfera, o N_2 não pode ser utilizado pela maioria dos organismos, devido à forte ligação tripla entre os átomos de nitrogênio ($N\equiv N$), o que torna a molécula bastante estável (VIEIRA, 2017). Apesar disso, o N_2 pode ser convertido em formas úteis para os organismos por meio dos processos de fixação biológica, fixação atmosférica e fixação industrial, que utilizam grandes quantidades de energia (HOULTON & MORFORD, 2015; THAMDRUP, 2012).

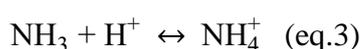
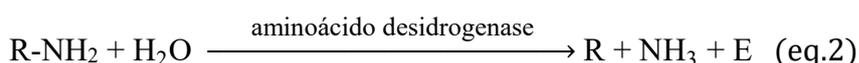
Nos solos, a maior parte do N presente está na forma orgânica, representando aproximadamente 95 % do total (RILLIG et al., 2007; NANNIPIERI & PAUL, 2009; KNICKER, 2011). Este nitrogênio é encontrado na matéria orgânica do solo (MOS), que é composta por materiais orgânicos que incluem resíduos de origem animal e vegetal que, ao serem incorporados no solo ou dispostos em superfície, passam pelos processos de decomposição, síntese e re-síntese com participação efetiva da comunidade microbiana edáfica, para que o N inorgânico seja liberado (MANLAY et al., 2007). Embora a fração orgânica seja predominante no solo, as espécies vegetais absorvem o N principalmente sob as formas inorgânicas, como amônio (NH_4^+) e nitrato (NO_3^-) (WILLIAMS & MILLER, 2001).

A disponibilidade do nitrogênio orgânico para as plantas não ocorre de forma imediata, em decorrência de sua origem heterogênea. Assim, diferentes resíduos são decompostos em diferentes estágios, com diferentes intensidades e por diferentes populações de microrganismos. Isso por que a MOS é formada por compostos facilmente mineralizados (lábeis), e por

compostos recalcitrantes, que possuem ciclagem mais lenta e, disponibilizam menor quantidade de N (CANTARELLA, 2007). Além disso, as taxas de transformação de N e os processos predominantes podem variar de um ambiente para o outro, uma vez que são controlados por fatores abióticos e bióticos (MOREIRA & SIQUEIRA, 2006), como características edafoclimáticas e a qualidade do material orgânico (SILVA, 2009).

A mineralização é o processo pelo qual os compostos orgânicos nitrogenados (proteínas, aminoácidos, entre outros) são convertidos em formas minerais, as quais podem ser absorvidas e utilizadas pelas plantas. A mineralização é composta pelos processos de amonificação e de nitrificação, os quais ocorrem graças à atuação de organismos decompositores (fungos e bactérias) presentes no solo.

A amonificação é o processo pelo qual o N complexado em compostos orgânicos nitrogenado (proteínas, aminoácidos e ácidos nucleicos) é convertido em amônio (ANDERSEN, 1999; HUTCHISON & WALWORTH, 2007). Esse processo, ocorre tanto em condições aeróbias como anaeróbias, e é realizado pelos microrganismos quimiorganotróficos que utilizam os compostos orgânicos como fonte de energia (eq.1). Em seguida, ocorre a desaminação da matéria orgânica em decomposição no solo (eq. 2), na qual o íon amônio (NH_4^+) resulta da protonação (H^+) das aminas (eq. 3) (MOREIRA & SIQUEIRA, 2006), como pode ser observado na reação a seguir (CANTARELLA, 2007).



No processo de nitrificação, ocorre a oxidação do amônio em nitrito e, na sequência, em nitrato. As bactérias do gênero *Nitrosomonas*, transformam o amônio (NH_4^+) em nitrito, e as *Nitrobacter* transformam o nitrito (NO_2^-) em nitrato (NO_3^-) (MOREIRA & SIQUEIRA, 2006). A nitrificação ocorre apenas em condições aeróbias com seu melhor desempenho com temperatura entre 25 e 35°C e umidade até próximo da capacidade de retenção de água do solo (WHALEN & SAMPEDRO, 2010). Na nitrificação, temos, portanto, duas etapas:



No entanto, existe um processo conhecido como imobilização do nitrogênio, que ocorre no sentido inverso e simultâneo à mineralização. Neste processo o N inorgânico liberado no solo durante o processo de mineralização é incorporado na biomassa microbiana e quando esta é reduzido, o nitrogênio, pode ser mineralizado novamente (HUTCHISON & WALWORTH, 2007).

A prevalência de um processo sobre o outro define se o solo terá maior ou menor disponibilidade de N inorgânico para as plantas. A condição de equilíbrio, na qual a mineralização é aproximadamente igual à imobilização, ocorre quando a relação C/N do substrato está na faixa de 20 a 30. Neste caso, a disponibilidade do N inorgânico do solo não é afetada. No entanto, quando a relação carbono/nitrogênio (C/N) é maior que 30, os microrganismos recorrem ao N inorgânico disponível no solo para manter o crescimento populacional promovido pela abundância de C, predominando a imobilização. Quando essa relação se aproxima de 10 a 12 (valor típico da matéria orgânica estável do solo) a mineralização passa a ser maior do que a imobilização (CANTARELLA, 2007).

Além da relação C/N, interações com o solo podem modificar a velocidade da mineralização (AITA & GIACOMINI, 2006). A reação do solo exerce forte influência sobre a mineralização, por ser um importante regulador da atividade microbiana (CANTARELLA, 2007). A faixa ideal para a maioria dos microrganismos responsáveis pela mineralização ocorre entre valores de pH iguais a 6 e 7 (MOREIRA & SIQUEIRA, 2006). A umidade é outro fator regulador da dinâmica de mineralização de N, e tem efeito direto na classe de microrganismos ativos durante o processo de decomposição, sendo que as taxas de amonificação e nitrificação do solo atingem valor ótimo quando o solo atinge sua capacidade de campo (SARAHWAT, 2008).

Por outro lado, o N pode sair do sistema por vários processos, que incluem a desnitrificação, a volatilização de amônia e a lixiviação de nitrato (SCHULTEN & SCHNITZER, 1998). As quantidades perdidas de N estão relacionadas com o sistema de manejo do solo, condições climáticas e características do solo.

O processo de desnitrificação, por sua vez, é o processo no qual o NO_3^- é convertido em gás nitrogênio (N_2) pela ação de bactérias desnitrificantes, que é perdido para a atmosfera (CANTARELLA, 2007). A desnitrificação ocorre na ausência de oxigênio, na qual os óxidos de N, tais como NO_3^- e NO_2^- servem como receptores finais de elétrons para bactérias anaeróbias facultativas (BREMNER 1997; CANTARELLA, 2007). A sequência da reação pode ser verificada a seguir:



O processo de volatilização consiste na perda do nitrogênio sob a forma amoniacal (NH_3) para a atmosfera (DIEST, 1988). A volatilização de amônia advém principalmente da aplicação de fertilizantes com ureia ao solo e pode representar perdas de até 50% do N aplicado (STEVENSON, 1994), sendo a intensidade deste fenômeno diretamente ligada o aumento no pH do solo (CANTARELLA, 2007).

A lixiviação consiste na perda de N inorgânico para camadas mais profundas (KIEHL, 1985; CANTARELLA, 2007). Segundo PRIMAVESI et al. (2006), o NO_3^- tem sido apontado como um dos principais elementos susceptíveis à lixiviação, em solos com predomínio de cargas negativas na camada arável, onde a adsorção eletrostática desse elemento é menor. Nestas condições o NO_3^- pode ser lixiviado devido à sua forte repulsão pelas cargas negativas do complexo coloide do solo.

Assim como a mineralização, os demais processos são fortemente influenciados pela temperatura, já que cada espécie microbiana tem uma temperatura ótima para o crescimento e pH. Valores de pH que expressam reação alcalina podem favorecer volatilização de amônia e/ou aumentar a quantidade de nitrato lixiviado para camadas mais profundas. A umidade está relacionada diretamente com o O_2 disponível, ou seja, a baixa concentração desse favorece a desnitrificação.

2.2 Potencial dos resíduos orgânicos como fonte de nitrogênio para as plantas

Por ser um nutriente limitante para o crescimento da maioria das culturas o nitrogênio deve ser resposto periodicamente (SILVA et al., 2000). A principal fonte utilizada são os fertilizantes minerais já que uma pequena fração de N orgânico (1 a 3%) é mineralizada durante o ciclo de uma cultura apesar do estoque de N do solo (KEENEY, 1982; KOWALENKO, 2006).

Em 2017, foram entregues ao mercado brasileiro 4,6 milhões de toneladas de fertilizantes nitrogenados. Mais de 80% foram importados e são representados, principalmente, pela ureia e pelo sulfato de amônio (ANDA, 2017). A ureia é a fonte nitrogenada mais empregada, devido à alta concentração de N na molécula pura (44 a 46 %) e ao menor custo de produção (CANTARELLA, 2007). Apesar disso, por ser um produto muito instável, quando aplicada na superfície do solo, essa fonte está bastante sujeita a perdas de N principalmente por meio da volatilização de amônia (CANTARELLA, 2007) e lixiviação de nitrato (ERNANI, 2008; TASCA et al., 2011).

As perdas de nitrogênio em solos agrícolas além de representarem um prejuízo econômico aos produtores, também podem causar problemas ambientais, tanto através da eutrofização quanto da emissão de gases de efeito estufa. O excesso de nitrogênio nas águas superficiais pode causar o fenômeno da eutrofização, que é o crescimento excessivo de algas e plantas aquáticas devido ao aporte de nutrientes nos cursos d'água. Após a morte das algas inicia-se o processo de decomposição que consome o O_2 dissolvido na água, resultando na mortandade de peixes (SMITH & SCHINDLER, 2009). A emissão de N_2O de solos em decorrência da aplicação de fertilizantes nitrogenados também consiste em um grave problema ambiental. Os principais processos de produção de N_2O no solo são a nitrificação e a desnitrificação, que são governados pela atividade microbiana do solo e pelas condições ambientais. Microrganismos desnitrificantes reduzem o NO_3^- a N_2 em condições de anaerobiose do solo. Já microrganismos nitrificantes oxidam o NH_4^+ a NO_3^- em condições aeróbias. Em ambos os processos, a conversão incompleta resulta na formação de N_2O (FIRESTONE & DAVIDSON, 1989). O N_2O é um dos principais gases do efeito estufa, com um potencial de aquecimento global 298 vezes maior que o do dióxido de carbono (CO_2) (IPCC, 2007).

Diante da forte dependência na importação do nitrogênio na forma de fertilizantes minerais, dos efeitos adversos por eles causados ao meio ambiente e da baixa eficiência do uso desse insumo, em que apenas 50% do total de N aplicado é aproveitado pelas plantas (CANTARELLA, 2007), pesquisas sobre o uso de resíduos orgânicos na agricultura geram interesse econômico e ambiental (MELO et al., 2008; PINTADO; TEIXEIRA et al., 2015; MALUF et al., 2015). Este interesse está baseado no fato de que tais materiais possuem grande quantidade de nutrientes essenciais ao desenvolvimento de plantas, tais como nitrogênio (N), fósforo (P), cálcio (Ca), magnésio (Mg) entre outros (ROCHA, et al., 2013). Estudos recentes indicam potencial dos resíduos orgânicos em fornecer N para as culturas, sem sacrificar o seu rendimento (OTTO et al., 2013; YANG et al., 2013).

O uso de resíduos orgânicos na agricultura tem aumentado, pois além de aumentar a disponibilidade de N do solo e reduzir a necessidade de fertilizantes nitrogenados, a manutenção desses materiais na superfície do solo pode proporcionar melhoraria nas propriedades físicas, químicas e biológicas do solo. As propriedades coloidais do húmus relacionadas à agregação das partículas conferem estabilidade estrutural ao solo resultando na formação de macro e microporos, promovendo maior aeração e capacidade de retenção de água. As propriedades químicas do húmus atuam no fornecimento de nutrientes essenciais, na interação com as argilas formando o complexo argilo-húmico que promove aumento da capacidade de troca catiônica (CTC) do solo, no poder de complexação sobre metais, na regulação sobre as variações

ambientais, como por exemplo: pH, temperatura, umidade e concentração de gases como CO₂ e O₂ (RILLIG et al., 2007; NANNIPIERI & PAUL, 2009; KNICKER, 2011; GUARESCHI et al., 2012).

Na literatura é possível encontrar relatos sobre diversos resíduos orgânicos que têm sido utilizados na agricultura como fonte alternativa de N para as plantas, sendo exemplos: esterco de animais, lodos de esgoto, torta de mamona, resíduos oriundos da fabricação de álcool e açúcar, entre outros (ABREU JÚNIOR et al., 2005; PAULA, 2012; CARNEIRO et al., 2013). Porém, para a utilização dos resíduos no solo como fertilizantes orgânicos os diversos critérios técnicos que irão viabilizar seu uso devem ser atendidos, (MELO et al., 2008), de forma a evitar o excesso de nutrientes. Além disso, outros critérios como teores de metais pesados, quantidades de patógenos controlados ou de substâncias prejudiciais devem estar de acordo com a legislação vigente (MAPA, 2009; CETESB, 2016; CONAMA, 2009).

Os teores de N são os que despertam maior interesse para o aproveitamento de resíduos orgânicos. Se as quantidades de N adicionadas forem menores que as exigências nutricionais da cultura, acarretará em uma redução da produtividade, o que inviabiliza o sistema sob ponto de vista econômico. Por outro lado, se as quantidades adicionadas forem maiores que a requerida pelas plantas, haverá acúmulo desse nutriente no solo e, por consequência o N poderá ser perdido do sistema solo-planta por lixiviação, o que pode comprometer ecossistemas aquáticos (ABREU JUNIOR et al., 2012). Em geral, os teores de N nos materiais orgânicos estão na faixa de 1 a 7 %, dependendo de sua origem (JORGE et al., 2010; SANTOS et al., 2011; PAULA et al., 2013; BOECHAT et al., 2014; MELO, 2014). Os teores mais elevados são verificados em torta de mamona oriunda do processo tradicional de produção de biodiesel, que possui cerca de 5 a 7 % de N (na base seca) (SEVERINO et al., 2007; LEAL et al., 2013), enquanto que outros subprodutos tradicionalmente utilizados para adubação orgânica, como torta de filtro, esterco bovino apresentam, em média 2 % e de N total (na base seca) (SANTOS et al., 2011; PAULA et al., 2013).

O processo de decomposição/liberação de nutrientes dos materiais orgânicos está ligado essencialmente à população microbiana do solo (SYLVIA et al., 2005) e é controlado por características inerentes aos materiais, principalmente origem orgânica (espécie animal ou vegetal), grau de processamento (compostado ou *in natura*) e relação C/N (SILVA, 2008). Tais características, em conjunto com fatores ambientais, principalmente temperatura e umidade (SYLVIA et al., 2005), exercem influência sobre a velocidade das reações, de modo que é comum variações na taxa de decomposição e, consequentemente na mineralização do nitrogênio.

A relação C/N é um dos parâmetros empregado para a avaliação da qualidade e da dinâmica de resíduos orgânicos, controlando a velocidade do processo de decomposição (TRINSOUTROT et al., 2000; SANCHEZ, 2009). Resíduos com baixa relação C/N devem se decompor rapidamente, aumentando potencialmente o N no solo. Por outro lado, quando são adicionados resíduos com C/N alta pode ocorrer imobilização temporária de N pelos microrganismos do solo (CANTARELLA, 2007).

Outro fator preponderante na decomposição de materiais orgânicos é a composição bioquímica dos mesmos, em especial, as concentrações das frações solúvel, celulose, hemicelulose, lignina e fenólicos (ROS et al., 2011; CARVALHO et al., 2012), que dependem da origem orgânica do material. A maioria dos microrganismos possui enzimas capazes de degradar amido, proteína e celulose que são utilizadas como fonte de carbono e energia. Já a lignina apresenta maior dificuldade de ser decomposta pelos microrganismos, portanto os materiais orgânicos que apresentam grande proporção de lignina na sua composição permanecerão por mais tempo no solo. Além disso, a presença de compostos fenólicos, que são substrato para formação da lignina afeta diretamente a decomposição dos mesmos (PALM & SANCHEZ, 1991; AITA & GIACOMINI 2006). RHEINHEIMER et al. (2000) utilizando resíduos orgânicos com baixas concentrações de nitrogênio e altos teores de lignina e polifenóis apresentaram baixa taxa de decomposição e liberação lenta de nutrientes.

Embora a aplicação de resíduos orgânicos apresente muitas vantagens ainda existem muitas questões sobre a viabilidade técnica e econômica da aplicação de resíduos. Algumas dificuldades devem ser superadas para que a utilização desses na agricultura se torne uma prática viável e corriqueira. Entre as principais dificuldades está a determinação da capacidade dos resíduos em fornecer N às plantas, devido ao dinamismo deste nutriente no solo e aos vários fatores bióticos e abióticos que influenciam a mineralização após a sua aplicação no solo.

2.3 Métodos para determinação de N fitodisponível em resíduos orgânicos

Os resíduos utilizados como fertilizantes orgânicos, ao contrário dos minerais, ao serem aplicados no solo devem passar pelo processo de mineralização para que os nutrientes neles contidos passem da forma orgânica para a inorgânica e a partir daí estejam disponíveis para as plantas. Apesar da maior parte do N presente nesses resíduos estar sob formas orgânicas (proteínas, aminoácidos e açúcares aminados), quantidades consideráveis de N mineral (NH_4^+ e NO_3^-), podem estar presentes. Estas formas, diferentemente do N orgânico, são prontamente

disponíveis para absorção das plantas (SCARSBROOK, 1965) e sob níveis elevados e, dependendo das condições do meio, os efeitos podem ser adversos, tais como: contaminação do lençol freático e liberação de gases de efeito estufa na atmosfera (JARVIS et al., 1996).

O conhecimento da fração do N orgânico dos resíduos e fertilizantes orgânicos que será transformada em N-inorgânico é fundamental para melhor aproveitamento desses materiais no solo e para definir as doses recomendadas para as culturas, inclusive descontar essas quantidades das adubações nitrogenadas minerais. Com este parâmetro, é possível suprir as necessidades de nitrogênio das plantas, evitar prejuízos aos agricultores e os problemas ambientais. Esse parâmetro é utilizado com sucesso para a recomendação de lodo de esgoto (LE) como preconiza a Resolução Conama 375 (CONAMA, 2006), dada pela proporção do N que será mineralizado/disponibilizado às culturas em relação à quantidade total do nitrogênio adicionado via resíduos orgânicos.

Em geral, a fração de mineralização de N pode ser estimada por vários métodos. Um destes é o método clássico descrito em normas técnicas (CETESB, 1999; USEPA, 1993), baseado na incubação de misturas de solo e resíduos em frascos mantidos em condições aeróbias, com umidade e temperatura controladas, para proporcionar um ambiente favorável para ação dos microrganismos. Esta técnica permite estimar a fração do N orgânico susceptível a ser transformada em formas minerais em função do tempo (t), também denominada de N potencialmente mineralizável (N_0) (STANFORD & SMITH, 1972). O N_0 é a fração de N orgânico considerada como a quantidade máxima esperada do nutriente (em formas inorgânicas) que será disponibilizada pelo resíduo para ser absorvido pelas plantas. Além disso, o modelo de mineralização permite estimar a constante de mineralização (k) e o tempo de meia vida ($t^{1/2}$) pelo modelo exponencial de cinética de primeira ordem:

$$N_{\min} = N_0 (1 - e^{-k.t})$$

Onde: N_{\min} representa N mineralizado acumulado no tempo de incubação, N_0 representa o N potencialmente mineralizável, k representa a taxa constante de mineralização e t representa o tempo.

No entanto, em alguns casos o N mineralizado ao longo do tempo de incubação não é adequadamente descrito por esse modelo, uma vez que a mineralização de N nos resíduos é controlada principalmente pelo tamanho e qualidade da fração mineralizável (SISTANI et al., 2008 ; YAGI et al., 2009; NYIRANEZA et al., 2012), podendo resultar na disponibilização de quantidades variadas de N ao longo do tempo. STANFORD & SIMTH (1972) consideram um

único reservatório de N mineralizável, isto é, o modelo prevê uma fase inicial rápida de mineralização (fração lábil) seguida de outra fase mais lenta (fração recalcitrante).

Embora o método de incubação aeróbica seja considerado referência para avaliar a dinâmica de mineralização do N, esse método é pouco prático para uso rotineiro por demandar longo período de avaliação (126 dias), ter custo relativamente alto e ser um procedimento de baixa operacionalidade (CANTARELLA et al., 2008). Em vista do exposto e considerando que o setor de fertilizantes orgânicos tem crescido significativamente e deve crescer ainda mais, principalmente após a implantação da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), que tem como um dos propósitos a reciclagem, reutilização e destinação adequada dos resíduos sólidos. O conhecimento de métodos mais simples, rápidos e que forneçam estimativas seguras da disponibilidade de N a fim de viabilizar o uso de resíduos orgânicos como fertilizante numa prática corriqueira, torna-se necessário.

Entre os métodos laboratoriais estudados para estimar a disponibilidade de N de maneira operacional estão os métodos de incubação anaeróbica de curta duração (BOEIRA & MAXIMILIANO, 2004; BOEIRA et al, 2009; YAGI et al, 2009) e os métodos químicos que utilizam como extratores soluções ácidas, salinas e alcalinas (RHODEN et al., 2006; YAGI et al., 2009; BRAOS et al., 2016). No entanto, a maioria desses trabalhos está relacionada a estudos aplicados em solos e, pelo fato de existirem poucas informações na literatura sobre a quantificação dos teores de N fitodisponível provenientes de resíduos orgânicos, o levantamento bibliográfico tomou como base estudos realizados com amostras de solos.

A utilização de métodos químicos na avaliação da disponibilidade N pelos laboratórios de rotina pode ser viável, pois estes são geralmente mais simples, rápidos e com custos menores do que os métodos biológicos de incubação de longa duração (STANFORD, 1982; PÖTTKER & TEDESCO, 1979; GIANELLO & BREMNER, 1986; CURTIN et al., 2006; ROS, 2012). De maneira geral, os métodos químicos extraem $N-NH_4^+ + N-NO_3^-$ de compostos biodisponíveis (N lábil da amostra) e dependendo da intensidade do extrator estes podem extrair o N presente em compostos orgânicos (CURTIN et al, 2006; GIANELLO & BREMNER, 1986; ELKARIM et al. 2001).

Entre os métodos químicos citados na literatura, o extrator KCl a quente 2 mol L^{-1} desenvolvido por GIANELLO & BREMNER (1986) baseia-se na quantificação de formas solúveis e trocáveis de N, frações solúveis de N orgânico e compostos nitrogenados diversos (ST. LUCE et al., 2014). Diversos trabalhos têm mostrado resultados promissores para o uso desse método como preditor da disponibilidade de N para as plantas em solos (GIANELLO et al., 2000; KOWALENKO, 2006; SCHOMBERG et al, 2009; ROS et al., 2011; BRAOS et al.,

2016). Temperaturas de extração altas ($>80^{\circ}\text{C}$) e uso de soluções salinas, no entanto, aumentam a solubilização de compostos recalcitrantes e subsequentemente promove um aumento do N orgânico extraído (MICHIRINA et al., 1982). Correlações significativas foram observadas entre N mineralizado em 24 dias de incubação aeróbia e KCl a quente ($r = 0,79$, $p < 0,01$) em solos com teores de N variando em média de 8,7 e 0,63 g kg^{-1} (PICONE et al., 2002). McDONALD et al. (2014) também observaram correlação entre o KCl a quente e o N mineralizado em 7 dias de incubação anaeróbia ($r = 0,49$, $p < 0,01$) em solos de pastagem.

Outro método químico encontrado na literatura é o procedimento proposto por GIANELLO & BREMNER (1986) e CURTIN et al (2006) que utiliza água como solução extratora, com ou sem aquecimento. Apesar de seu baixo custo e baixa geração de resíduos, há poucos relatos na literatura sobre seu uso, mas CURTIN et al. (2006) relataram que o N extraível por água quente foi melhor relacionado com o N absorvido por plantas de aveia ($R^2=0,50$) do que o KCl a quente ($R^2= 0,24$), cultivadas em casa de vegetação com solos da Nova Zelândia, com temperatura variando de 12 a 18 $^{\circ}\text{C}$. Segundo ROS et al. (2009) e CORDOVIL (2007), a água pode ser considerada um extrator de frações solúveis e prontamente fitodisponíveis, seja em solos ou fertilizantes, classificada como método de extração de baixa intensidade. BRAOS et al. (2016) relataram que o extrator água, aquecida a 80°C por 16 h, apresentou capacidade de extração semelhante ao método de KCl 2 mol L^{-1} aquecido e também com o N absorvido pelas plantas de milho em experimento em casa de vegetação. Nestes trabalhos, os autores consideraram a capacidade destes como ferramenta para estimar o N orgânico disponível para as plantas.

O método bicarbonato de sódio (NaHCO_3) de concentração $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ proposto por MACLEAN (1964) para estimar o fornecimento de N pelo solo, adaptado por HONG et al. (1990), que mede o N extraído pelo procedimento Kjeldahl ou pela absorbância poética em 260 nm. O íon bicarbonato (HCO_3^-) tamponam o meio em pH próximo à neutralidade, favorecendo o deslocamento de íons contendo N, enquanto os íons (Na^+) saturam o meio, possibilitando a substituição dos cátions trocáveis (MACLEAN, 1964). FOX & PIEKIELEK (1978) encontraram correlações significativas ($r = 0,77$) entre o N extraído com NaHCO_3 e a capacidade do solo em fornecer N ao milho. MICHIRINA et al. (1982), em estudo realizado com dois extratores NaHCO_3 e CaCl_2 , ambos com concentração de $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, concluíram que as frações orgânicas extraídas pelo NaHCO_3 foram de compartimentos específicos da matéria orgânica e sua maioria apresentavam peso molecular entre 1.000 a 10.000 Daltons. Para MICHIRINA et al. (1982), 92% do nitrogênio extraído com uma solução de NaHCO_3 $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, encontra-se na forma de proteínas.

BLAIR et al. (1995) propuseram a utilização de permanganato de potássio (KMnO_4 0,33 mol L^{-1}) como agente oxidante de parte da matéria orgânica do solo (MOS). O método proposto tem sido utilizado para avaliar compostos orgânicos facilmente mineralizados pelos microrganismos denominada de C lábil (SHANG & TIESEN, 1997). Operacionalmente, o carbono lábil (CL) se correlaciona com o C oxidável por KMnO_4 e o N associado a essa fração lábil pode constituir-se em um estimador do N potencialmente mineralizável. Contudo, esse método apresenta alguns problemas como a sensibilidade na separação do compartimento do carbono (VIEIRA et., 2007), pois além de oxidar o CL a solução de permanganato pode oxidar compostos não prontamente disponíveis para os microrganismos do solo, como a celulose e lignina (TIROL-PADRE & LADHA 2004). Valores entre 37 e 42 % do N total foram encontrados em solos de cerrado no Brasil (WESTERHOF et al., 1998). MAIA et al. (2003) encontraram correlações significativas ($r = 0,95$ $p < 0,01$) entre o N total e N extraível por KMnO_4 , no entanto, os coeficientes das relações foram maiores que os verificados para N mineralizado anaerobicamente ($R^2 = 0,73$ $p < 0,01$) para tratamentos sem e com adubação orgânica.

O método químico de difusão direta das amostras denominado Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) proposto por MULVANEY & KHAN et al. (2001), utiliza como extrator o NaOH 2 mol L^{-1} em câmara do tipo Mason Jar, contendo solução ácida capaz de adsorver a NH_3 liberada durante a difusão da amostra. Este método requer técnicas mais simples e baseia-se na estimativa das frações do N-aminoaçúcares + N- NH_4^+ trocável do solo, liberados por hidrólise alcalina. O N-aminoaçúcares representa cerca de 5 a 6 % do N orgânico total, que contém formas mais lábeis de N (STEVENSON, 1994), o qual são consideradas uma aproximação do N que ficará disponível durante o ciclo de uma cultura. Pesquisas relatam a eficiência do uso do ISNT na identificação de sítios responsivos e não responsivos ao N aplicado em cana-de-açúcar (OTTO et al. 2013) e em prever o N disponível e para o milho (BRAOS et al., 2016), mas há situações que os resultados foram desfavoráveis (MARIANO et al., 2017).

O método biológico de incubação de solo de curta duração em condições anaeróbias desenvolvido por WARING & BREMNER (1964) e modificado por KEENEY & BREMNER (1966) baseia-se na determinação de amônio após sete dias de incubação a 40°C. Neste procedimento, soluções salinas concentradas são utilizadas para extração de N- NH_4^+ , geralmente acima de 2 mol L^{-1} , o que assegura a extração do N mineralizado na forma de amônio. Em comparação com a incubação aeróbica, esse método apresenta muitas vantagens, como maior simplicidade operacional e, custo muito menor. Além disso, temperaturas elevadas

podem ser usadas, reduzindo o período de incubação, pois não existe a necessidade de se manter a temperatura ideal para a ação de microrganismos nitrificantes (KEENEY, 1982).

Trabalhos têm demonstrado correlações significativas entre o método aeróbio e anaeróbio (BOEIRA, 2005; WIENHOLD, 2007). Correlações significativas entre o N potencialmente mineralizável obtido por incubação anaeróbia e o N absorvido pelas plantas também foram relatadas em solos oriundos de áreas de cultivo de arroz irrigado do Rio Grande do Sul e do estado de São Paulo por RHODEN (2006), YAGI et al. (2009) e DRESCHER et al. (2016), respectivamente. KOWALENKO (2006) obteve relação significativa entre os valores da incubação anaeróbica e aeróbica para N mineralizado ($R^2 = 0,48$), limitando seu uso para solos contendo de 0,1 a 1,1% de N total, 5 a 48% de argila e pH variando de 4,7 a 6,4.

3. MATERIAL E MÉTODOS

O estudo está baseado em quatro experimentos, sendo três deles conduzidos em laboratório e um em casa de vegetação. O primeiro experimento foi realizado utilizando o método de incubação aeróbia sem lixiviação, com duração de 126 dias, em 11 amostras de resíduos orgânicos (CETESB, 1999). O segundo consistiu em determinar teores de nitrogênio com diferentes extratores químicos, utilizando-se as mesmas amostras de resíduos. No terceiro experimento foi realizada uma incubação anaeróbia nas mesmas amostras de resíduos e o quarto foi realizado em casa de vegetação, com o cultivo de capim-braquiária (*Brachiaria decumbens*), visando avaliar a eficiência agrônômica dos resíduos no fornecimento do N às plantas.

3.1 Caracterização do solo e dos resíduos orgânicos

3.1.1 Solo

Para todos os experimentos foi utilizado amostra de solo classificado como LATOSSOLO VERMELHO distrófico, de textura média. As amostras foram coletadas no Centro Experimental de Campinas (CEC) do Instituto Agrônomo, estado de São Paulo, na profundidade de 0 a 20 cm. Após a coleta, a amostra de solo foi seca ao ar, passada em peneira com abertura de malha de 2 mm e armazenada para posterior análise.

A amostra de solo foi caracterizada em termos químicos e granulométricos no Laboratório de Fertilidade do Solo do Instituto Agrônomo de Campinas, conforme

metodologia descrita por RAIJ et al. (2001) e CAMARGO et al. (1986). Teor de matéria orgânica (M.O) foi determinada pelo método colorimétrico após a oxidação úmida em meio ácido com dicromato (CANTARELLA et al., 2001); pH determinado em extrato aquoso 1:2,5 (solo:solução), usando solução de CaCl_2 $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ (QUAGGIO & RAIJ, 2001); H+Al solução tampão SMP (QUAGGIO & RAIJ, 2001); P, K, Ca e Mg extraídos com resina trocadora de íons, sendo Ca e Mg determinados por espectrofotometria de absorção atômica, de K por fotometria de emissão atômica e P por espectrofotometria (QUAGGIO & RAIJ, 2001); S extraído com $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ e determinado por espectrofotometria; B extraído com água quente (ABREU et al., 1994); Al tocável extraído com KCl 1 mol L^{-1} e determinado por espectrofotometria; Cu, Fe, Mn e Zn extraídos por DTPA em pH 7,3 e determinados por espectrometria de emissão em plasma (ICP-AES) (ABREU et al., 2001); N Kjeldahl digestão com H_2SO_4 e mistura catalisadora (Cu e Se) e determinado por destilação de arraste de vapor adicionando-se solução de NaOH (10 mol L^{-1}); N inorgânico (NH_4^+ e $\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) extraído com KCl 1 mol L^{-1} e determinado por destilação de arraste de vapor (CANTARELLA & TRIVELIN, 2001). A análise granulométrica foi realizada segundo a metodologia CAMARGO et al. (1986). Os resultados das análises químicas e físicas deste solo encontram-se na tabela 1.

Tabela 1. Atributos físicos e químicos do solo utilizado nos experimentos de laboratório e casa de vegetação.

ATRIBUTOS	UNIDADE	VALOR
MO	g dm^{-3}	30
pH	-	4,6
H+Al	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	41
P	mg dm^{-3}	9
K	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	1
Ca	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	14
Mg	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	7
SB	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	22
CTC	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	63
V%	%	35
S	mg dm^{-3}	11
B	mg dm^{-3}	0,28
Al	$\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$	2
Cu	mg dm^{-3}	5
Fe	mg dm^{-3}	64
Mn	mg dm^{-3}	14
Zn	mg dm^{-3}	1,4
N Kjeldahl	g kg^{-1}	1,4
N- NH_4	mg kg^{-1}	5,2
N- $\text{NO}_3 + \text{N-NO}_2$	mg kg^{-1}	3,3
Argila	g kg^{-1}	370
Silte	g kg^{-1}	73
Areia	g kg^{-1}	557

SB= Soma de bases (SB= K + Ca + Mg + Na); CTC= capacidade de troca de cátions (CTC= SB + H+Al); V% = saturação por bases ((SB/CTC)*100)

3.1.2 Resíduos orgânicos

As amostras de resíduos orgânicos foram obtidas de estabelecimentos comerciais ou doadas por proprietários rurais. Os materiais estudados apresentam características diversificadas, que podem ser verificadas na tabela 2.

Tabela 2. Resíduos orgânicos utilizados nos experimentos de laboratório e em casa de vegetação.

Resíduo orgânico	Descrição	Origem ⁽¹⁾	Observação
Torta de mamona	Subproduto do processo de descascamento e extração do óleo da mamona (<i>Ricinus communis</i> L.)	Comercial	---
Esterco de aves	Dejetos gerados da produção de frango de corte somados aos restos de ração e penas	Comercial	Curtido em maravalha
Pó de café	Produto final vencido da torrefadora	ETE	Utiliza como biomassa na compostagem do lodo
Películas de café	Gerados durante o processo de pós-colheita nas propriedades rurais e/ou nas indústrias de torrefação de café		
Esterco de galinha poedeira	Dejetos gerados por galinhas confinadas em gaiola	Propriedade rural	---
Esterco bovino	Dejetos de animais criados em pastos ou confinados	Comercial	Pode apresentar cama na composição
Torta de filtro	Subproduto da agroindústria canavieira, obtido nos filtros rotativos durante a etapa de clarificação na produção do açúcar	---	Pode ter mistura de fuligem
Cama de café e Cama com serragem	Matérias utilizadas como cama de aviário (restos de cultura), sendo a maioria produzida na própria propriedade rural. Recebe restos de ração, excretas, insetos, penas e descamações da pele.	Propriedade rural Comercial	Frango de corte
Lodo seco	Subprodutos sólidos proveniente do sistema de tratamento de esgotos	ETE	Secagem térmica
Turfa	Originado da decomposição de musgos, restos de árvores, plantas, etc., encontrada geralmente em regiões pantanosas	---	---

⁽¹⁾ comercial: fertilizante orgânico registrado (Anexo I) encontrado em estabelecimento comercial; ETE: Estação de tratamento de esgoto residencial; Propriedade rural: material doado por produtores rurais.

Após a etapa da coleta, as amostras dos resíduos orgânicos foram caracterizadas de acordo com a Resolução 375/2006 do CONAMA (CONAMA, 2006) sobre uso agrícola de lodo de esgoto. Para a caracterização química, três subamostras de cada tipo de resíduo foram secas

em estufa com circulação forçada de ar a 65°C até peso constante e então trituradas em moinho (Tipo Willey), homogeneizadas e amostradas.

As análises realizadas foram: pH medido em água, utilizando relação 2:20 (2 g do resíduo: 20 mL de água deionizada) após agitação em agitador horizontal a 220 rpm e repouso de uma hora (EPA 1995). C orgânico obtido pelo método de oxidação de dicromato de potássio (NELSON e SOMMERS, 1996). N Kjeldahl, 0,05 g das amostras foram misturadas com 3 mL de H₂SO₄ concentrado + mistura catalisadora, colocadas em bloco digestor (360°C), destiladas com 20 mL de NaOH 10 mol L⁻¹, recolhidas em 20 mL de H₃BO₃ e tituladas com H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ (APHA, 2005). N inorgânico (NH₄⁺ + NO₃⁻ + NO₂⁻) foi extraído com KCl 1 mol L⁻¹, utilizando-se relação 5:50 (5 g de resíduo:50 mL de KCl) e agitados por uma hora em agitador horizontal a 170 rpm. As formas inorgânicas de N foram determinadas pelo método de destilação por arraste de vapor, com adição de MgO e liga de Devarda, recolhidos em 5 mL de 20g H₃BO₃ e titulados com H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ (BREMNER, 1996). A capacidade de troca de cátions (CTC) foi determinada por titulação conforme descrito na Instrução normativa (IN) Nº 17 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2007). A condutividade elétrica foi determinada conforme método recomendado para amostras de substrato, com relação 1:5 (10 g de resíduo:50 mL de água deionizada). Os teores totais de As, Al, B, Ba, Ca, Cd, Cu, Cr, P, Pb, Fe, S, Mn, Mg, Hg, Ni, Se, Zn, Na, K e Mo foram extraídos de acordo com a metodologia do USEPA, SW-846 método 3051a (USEPA, 2007) e determinados por espectrometria de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado (ICPOES). A determinação de Na e K foi realizada por fotometria de chama. A umidade a 65 °C, os sólidos totais e os sólidos voláteis foram determinados por perda de massa a 500°C. Os resultados da composição química dos resíduos orgânicos mais relevantes estão apresentados na tabela 3, enquanto que a caracterização completa se encontra no Anexo II, tabela 20.

Tabela 3. Características químicas dos resíduos orgânicos utilizados nos experimentos.

Resíduos	pH ^a	CO ^b	NKj ^b	C/N ¹	N inorgânico		CTC ²	CE ³	U _{65°C} ⁴
					N-NH ₄ ⁺	N-NO ₃ ⁻ + N-NO ₂ ⁻			
	---	----- g kg ⁻¹ -----	---	---	----- mg kg ⁻¹ -----	mmol _c kg ⁻¹	dS m ⁻¹	%	
Torta de mamona	6,6 ± 0,0	409 ± 8,8	63 ± 4,4	6,5	190 ± 14	145 ± 25	392 ± 6,0	4,5±0,42	1,2
Esterco de aves	8,7 ± 0,0	239 ± 5,2	26 ± 1,9	9,2	920 ± 54	116 ± 7,0	417 ± 21	14 ± 0,04	6,6
Pó de café	5,0 ± 0,0	463 ± 28	25 ± 0,4	18,1	98,6 ± 9,6	396 ± 27	354 ± 10	7,5 ± 0,01	1,2
Película de café	6,8 ± 0,0	434 ± 15	23 ± 2,3	18,5	13 ± 1,8	73,4 ± 14	523 ± 15	4,9 ± 0,46	16,6
Esterco de Poedeira	7,1 ± 0,0	82 ± 8,9	9,9 ± 0,8	8,2	324 ± 28	3260 ± 28	191 ± 20	10 ± 1,01	9,4
Esterco Bovino	9,4 ± 0,0	9,0 ± 18	5,9 ± 0,6	15,3	17,1 ± 2,4	406 ± 10	1,57 ± 5,8	3,1 ± 0,09	9,5
Torta de filtro	9,0 ± 0,1	53 ± 17	1,2 ± 0,2	46,1	12,6 ± 1,9	4,4 ± 1,1	16 ± 1,2	8,7 ± 0,53	0,1
*Cama de café	9,1 ± 0,0	355 ± 9,2	26 ± 1,1	13,7	1006 ± 24	1034 ± 6,8	623 ± 28	14 ± 0,15	9,5
*Cama de serragem	8,8 ± 0,0	346 ± 31	24 ± 0,2	14,1	614 ± 55,8	75 ± 7,9	452 ± 6,1	17 ± 0,44	0,6
Lodo seco	5,9 ± 0,0	310 ± 43	54 ± 0,1	5,8	1551 ± 118	75 ± 15,8	340 ± 26	3,9 ± 0,14	0,6
Turfa	8,0 ± 0,0	176 ± 27	9,5 ± 0,3	18,6	10,8 ± 0,80	14 ± 1,6	289 ± 39	2,5 ± 0,24	20

^a carbono orgânico medido em água; ^b nitrogênio kjeldahl expresso em base seca; ¹ (CN = C_{orgânico}/N_{Kjeldahl}); ² capacidade de troca de cátions; ³ condutividade elétrica; ⁴ umidade a 65°C.

*cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango).

3.2 Determinação N em resíduos orgânicos

Os métodos avaliados para determinação dos teores de N foram: o método biológico de incubação aeróbia de longa duração sem lixiviação, oficial para determinação da mineralização de nitrogênio no material adicionado ao solo (CETESB, 1999; USEPA, 1993); o método químico utilizando diferentes extratores de N e por último o método biológico de incubação anaeróbia de curta duração.

As análises foram realizadas nos laboratórios do Centro de Solos do Instituto Agrônômico (IAC), em Campinas/SP. Em todas as extrações foram colocadas uma prova em branco e uma amostra com teor de N conhecido, para fins de controle de qualidade no processo de destilação.

3.2.1 Método biológico de incubação aeróbia

As quantidades de nitrogênio mineralizadas foram determinadas medindo-se os teores de N inorgânico ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) produzidos durante 126 dias de incubação sob condições aeróbias (CONAMA, 2006; CETESB, 1999), sem lixiviação. O delineamento foi em blocos casualizados, em esquema fatorial $11 \times 4 \times 11$, correspondendo a 11 resíduos orgânicos, quatro doses de N, equivalentes a três doses de N calculadas com base na concentração de N Kjeldahl (150, 300 e 450 mg de N kg^{-1}) e um controle (somente solo) e 11 tempos de avaliação. As quantidades dos resíduos orgânicos adicionados em cada parcela experimental encontram-se no anexo II, tabela 21.

Cada parcela constituída por potes de polietileno (120 ml), com pequenos orifícios para permitir trocas gasosas recebeu 100 g da amostra de solo e o material orgânico referente a cada tratamento, sendo tal procedimento realizado em triplicatas. A cada tempo pré-determinado realizou-se a desmontagem de três potes de cada tratamento, sendo nos seguintes tempos: 0; 7; 14; 28; 42; 56; 70; 84; 98; 112 e 126 dias. Durante todo o período de incubação, os potes foram mantidos em sala escura sob condições de temperatura entre $28 \pm 2^\circ\text{C}$ e umidade próxima 70% da capacidade de retenção de água do solo (CRAS), segundo COSCIONE & ANDRADE (2006), a qual foi monitorada através da pesagem diária dos potes.

A extração do N inorgânico foi realizada com solução de cloreto de potássio (KCl) 1 mol L^{-1} conforme metodologia de TEDESCO et al. (1995). Para a extração pesou-se 5

g da amostra (resíduo: solo) e adicionou-se 50 mL da solução de KCl 1 mol L⁻¹. Após a agitação de uma hora em agitador horizontal de chão a 170 rpm e repouso de 30 min, filtrou-se o extrato em papel filtro (faixa preta) e transferiu-se uma alíquota de 10 mL do sobrenadante para tubo de destilação.

A determinação do N foi realizada pelo método de destilação por arraste a vapor conforme descrito em BREMNER & KEENEY (1965), citado por (CANTARELLA & TRIVELIN, 2001), na presença de MgO e liga de Devarda no mesmo extrato, de forma que não houve separação entre amônio (NH₄⁺) e o nitrato e nitrito (NO₃⁻ e NO₂⁻). A destilação foi conduzida por cerca de 4 minutos recolhendo aproximadamente 35 mL de destilado em becker de 50 mL, contendo 5 mL de solução de H₃BO₃ 20 g L⁻¹ com mistura de indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). Em seguida, por meio da titulação com H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ padronizado, obteve-se as quantidades de N inorgânico nas amostras. Com base na umidade das amostras, os resultados de N inorgânico foram corrigidos para base seca. O cálculo do nitrogênio inorgânico foi realizado pela seguinte equação:

$$N (mg\ kg^{-1})_{Base\ seca} = \left[\frac{(V_{amostra} - V_{branco}) \times C_{H_2SO_4} \times V_{extrato} \times 1000}{V_{destilado} \times m_{amostra}} \right] \times \left[\frac{100 - U_{65^\circ C}}{100} \right]$$

em que:

Alíquota: 10mL.

$V_{amostra}$: volume da solução de H₂SO₄ gasto na titulação da amostra, em mL.

V_{branco} : volume da solução de H₂SO₄ gasto na titulação do branco, em mL.

$V_{extrato}$: volume do extrato de digestão, em mL.

$V_{destilado}$: volume da alíquota do extrato de KCl destilado, em mL.

$m_{amostra}$: massa da amostra, em g.

$C_{H_2SO_4}$: concentração do ácido sulfúrico, em mgN mL⁻¹

1.000: fator para converter g para kg.

$U_{65^\circ C}$: umidade do material a 65°C

Paralelamente à avaliação do nitrogênio inorgânico, realizou-se a determinação do pH, nos mesmos tempos de incubação. Pesaram-se 10 g da amostra (resíduo: solo) e adicionou-se 25 mL da solução de CaCl₂ 0,01 mol L⁻¹. Após a agitação de 10 min em

agitador horizontal a 220 rpm e repouso de 30 min, procedeu-se a leitura em pHmetro já calibrado (QUAGGIO e RAIJ, 2001).

Para os cálculos do N mineralizado (N_{min}) em cada período coleta (proveniente exclusivamente do resíduo), utilizou-se a seguinte fórmula.

$$N_{min.Tn}[(Nr_{ex.Tn} - Nr_{ex.T0}) - (Nc_{ex.Tn} - Nc_{ex.T0})]$$

onde: $N_{min.Tn}$: nitrogênio mineralizado no tempo avaliado

$Nr_{ex.Tn}$: nitrogênio extraído do resíduo no tempo avaliado

$Nr_{ex.T0}$: nitrogênio extraído do resíduo inicialmente (tempo 0)

$Nc_{ex.Tn}$: nitrogênio extraído do controle no tempo avaliado

$Nc_{ex.T0}$: nitrogênio extraído do controle inicialmente (tempo 0)

Os resultados do N_{min} foram analisados no software STATISTIC e submetidos ao ajuste no modelo de cinética química de primeira ordem, proposto por STANFORD & SMITH (1972), baseado em uma equação de regressão exponencial simples dada pela equação:

$$N_{min} = N_0 (1 - e^{-k.t})$$

onde: N_{min} : nitrogênio mineralizado (mg kg^{-1}) no tempo (t) avaliado

N_0 : nitrogênio potencialmente mineralizável (mg kg^{-1})

k : constante de velocidade da reação de mineralização do N (dia^{-1})

t : tempo (dias)

Uma vez ajustados os resultados no modelo de cinética de primeira ordem, foi calculado o tempo de meia vida ($T_{1/2}$), que é o tempo necessário, em dias, para que ocorra a mineralização de 50% do nitrogênio potencialmente mineralizável. Obtido pela seguinte equação:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{k}$$

Onde: $\ln 2$: logaritmo neperiano de 2

k : constante de velocidade da reação de mineralização do N (dia^{-1})

A taxa de mineralização do nitrogênio (TMN), expressa em %, que corresponde à quantidade de nitrogênio mineralizada em relação à quantidade aplicada desse elemento, foi adotado uma vez que não era possível empregar a equação de cinética de primeira ordem. O cálculo para TMN seguiu o procedimento descrito na Norma P4.230 (CETESB, 1999).

$$TMN = \frac{N_{min.T126} - N_{min.T0}}{NKj_{ad.}} \times 100$$

Onde: $N_{min.T126}$: nitrogênio mineralizado em 126 de incubação

$N_{min.T0}$: nitrogênio mineralizado inicialmente (tempo 0)

$NKj_{ad.}$: nitrogênio Kjeldahl adicionado via resíduo

3.2.2 Método biológico de incubação anaeróbia

Para o método de incubação anaeróbia de curta duração utilizou-se o procedimento proposto por WARING & BREMNER (1964), adaptado para avaliar o N mineralizável em resíduos orgânicos. O delineamento foi em blocos casualizados, em esquema fatorial $11 \times 4 \times 2$, correspondendo a 11 resíduos orgânicos, quatro doses de N, equivalentes a três doses de N calculadas com base na concentração de N Kjeldahl (1500, 3000 e 4500 mg de N kg^{-1}) e um controle (somente solo) e dois tempos de avaliação. A dose aplicada foi 10 vezes superior à da incubação aeróbia a fim de aumentar a massa de resíduo utilizada. As quantidades dos resíduos orgânicos adicionados em cada parcela experimental encontram-se no anexo II, tabela 21.

A incubação foi realizada em tubos do tipo Falcon (50 mL). Como substrato, utilizou-se 5 g de amostra de solo caracterizado na Tabela 1. Os materiais orgânicos nas respectivas doses de N foram misturados ao substrato, e em seguida, adicionaram-se 12,5 mL de água deionizada. As quantidades dos resíduos adicionadas em cada parcela experimental encontram-se na tabela 21. Os tubos foram tampados para evitar a entradas de ar e mantidos sob incubação em câmara de BOD a 40°C, por sete dias. Ao fim do período, os tubos de Falcon foram agitados por 10 min, e o pH em água foi determinado.

Em seguida, adicionou-se 12,5 mL de solução de KCl 4 mol L⁻¹, agitou-se a 170 rpm em agitador horizontal por 60 min. Após esse procedimento, os extratos foram filtrados em papel filtro (faixa preta), para, então, serem pipetadas alíquotas de 10 mL do filtrado, os quais foram transferidos para tubos de destilação (100 mL).

A determinação do N foi realizada pelo método de destilação por arraste a vapor conforme descrito em BREMNER & KEENEY (1966), citado por (CANTARELLA & TRIVELIN, 2001), na presença de MgO. A destilação foi conduzida por cerca de 4 minutos recolhendo aproximadamente 35 mL de destilado em becker de 50 mL, contendo 5 mL de solução de H₃BO₃ 20 g L⁻¹ com mistura de indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). Em seguida, por meio da titulação com H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ padronizado, obteve-se as quantidades de N-NH₄⁺ nas amostras. O cálculo do nitrogênio inorgânico (base seca) foi realizado pela seguinte equação:

$$N \text{ (mg kg}^{-1}\text{)}_{\text{Base seca}} = \left[\frac{(V_{\text{amostra}} - V_{\text{branco}}) \times C_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times V_{\text{extrato}} \times 1000}{V_{\text{destilado}} \times m_{\text{amostra}}} \right] \times \left[\frac{100 - U_{65^\circ\text{C}}}{100} \right]$$

em que:

Alíquota: 10mL.

V_{amostra} : volume da solução de H₂SO₄ gasto na titulação da amostra, em mL.

V_{branco} : volume da solução de H₂SO₄ gasto na titulação do branco, em mL.

V_{extrato} : volume do extrato de digestão, em mL.

$V_{\text{destilado}}$: volume da alíquota do extrato de KCl destilado, em mL.

m_{amostra} : massa da amostra, em g.

$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$: concentração do ácido sulfúrico, em mgN mL⁻¹

1.000: fator para converter g para kg.

$U_{65^\circ\text{C}}$: umidade do material a 65°C obtida na caracterização (Tabela 2)

O N mineralizável anaerobicamente em sete dias e a TMN foram obtidas pela equação 1 e 2, respectivamente.

$$N_{\text{min}} = [(Nr_{\text{ex.T7}} - Nr_{\text{ex.T0}}) - (Nc_{\text{ex.T7}} - Nc_{\text{ex.T0}})]$$

(equação 1)

onde: N_{min} : nitrogênio mineralizado anaerobicamente

$Nr_{\text{ex.T7}}$: nitrogênio extraído do resíduo após sete dias de incubação

$Nr_{ex.T0}$: nitrogênio extraído do resíduo inicialmente (tempo 0)

$Nc_{ex.Tn}$: nitrogênio extraído do controle após sete dias de incubação

$Nc_{ex.T0}$: nitrogênio extraído do controle inicialmente (tempo 0)

$$TMN = \frac{N_{min.T7} - N_{min.T0}}{NKj_{ad.}} \times 100 \quad (\text{equação 2})$$

Onde: $N_{min.T7}$: nitrogênio mineralizado em sete dias de incubação

$N_{min.T0}$: nitrogênio mineralizado inicialmente (tempo 0)

$NKj_{add.}$: nitrogênio Kjeldahl adicionado via resíduo

3.2.3 Métodos químicos

Água Fria: o procedimento de extração foi proposto por CURTIN et al. (2006), adaptado para extrair o N em resíduos orgânicos. A extração foi realizada pela agitação de 4 g de amostra de resíduo com 30 mL de água deionizada à temperatura ambiente, durante 30 min em mesa agitadora a 170 rpm, sendo em seguida, centrifugada a 2000 rpm. Após a centrifugação, a suspensão obtida foi filtrada em papel filtro de faixa azul (filtragem lenta) e o volume foi transferido para tubos de destilação, contendo MgO e Liga de Devarda, de forma que não houve separação entre amônio (NH_4^+), nitrato e nitrito ($NO_3^- + NO_2^-$). Em seguida, os tubos foram acoplados ao destilador por arrate de vapor, e então iniciada a destilação, coletando-se aproximadamente 30 mL do destilado em béquer de 50 mL contendo 10 mL de solução H_3BO_3 20 g L^{-1} mais indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). A quantificação do N inorgânico total nas amostras foi feita por titulação com solução padronizada de H_2SO_4 0,0028 mol L^{-1} .

Água Quente: para extração foram utilizados os procedimentos propostos por GIANELLO & BREMNER (1986) e CURTIN et al (2006), adaptado para extrair o N em resíduos orgânicos. Amostras de 4 g de resíduo foram transferidas para tubos de digestão de 100 mL, adicionando-se 30 mL de água deionizada. Os tubos foram tampados com funil, e aquecidos em bloco digestor a 80°C por 16 horas. Após o resfriamento, filtrou-se o sobrenadante em papel filtro faixa azul (filtragem lenta) e transferiu-se uma alíquota de 10 mL do sobrenadante para tubos de destilação de N. Em seguida, os tubos foram acoplados ao destilador por arrate de vapor, sendo acrescentado 0,2 g de MgO e Liga de

Devarda, de forma que não houve separação entre amônio (NH_4^+), nitrato e nitrito ($\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$). Em seguida, procedeu-se a destilação em destilador por arrate de vapor, coletando aproximadamente 30 mL do destilado em béquer de 50 mL contendo 10 mL de solução H_3BO_3 20 g L^{-1} mais indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). A quantificação do N inorgânico total nas amostras foi feita por titulação com solução padronizada de H_2SO_4 0,006 mol L^{-1} .

KCl 2 mol L^{-1} a quente: o procedimento de extração utilizado foi proposto por GIANELLO & BREMNER (1986), adaptado para extrair o N em resíduos orgânicos. Amostras de 3 g de resíduo foram transferidas para tubos de digestão, adicionando-se, em seguida, 20 mL da solução de KCl 2 mol L^{-1} . Os tubos foram tampados com funil, e aquecidos em bloco digestor, com capacidade de 40 amostras, à temperatura de 100°C, por 4 h. No final de 4 horas, os tubos foram removidos do bloco digestor e deixados esfriar até atingir a temperatura ambiente. Em seguida, filtrou-se o sobrenadante em papel filtro faixa azul (filtração lenta) e transferiu-se uma alíquota de 10 mL do filtrado para um novo tubo de destilação de N. Em seguida, procedeu-se a destilação, conforme descrito no método água quente.

NaHCO_3 0,01 mol L^{-1} : o procedimento de extração utilizado foi proposto por HONG (1990), adaptado para extrair o N em resíduos orgânicos. Pesou-se 3 g de amostra de resíduo em tubos tipo Falcon de 50 mL. Adicionaram-se 50 mL de solução NaHCO_3 0,01 mol L^{-1} . Agitou-se por 15 min em agitador horizontal de chão a 220 rpm e posteriormente deixou-se em repouso. A seguir, os extratos foram centrifugados a 4000 rpm por 15 min, filtrados em papel filtro faixa azul (filtração lenta) e uma alíquota de 10 mL transferida para um novo tubo de destilação de N. Em seguida, procedeu-se a destilação, conforme descrito no método água quente.

Extração com solução de KMnO_4 0,33 mmol L^{-1} : o procedimento empregado foi proposto por BLAIR et al. (1995), adaptado para extrair o N em resíduos orgânicos. Este método consiste na determinação do nitrogênio em sua forma associada ao carbono lábil extraído por oxidação com solução de KMnO_4 0,33 mol L^{-1} . Os dois analitos são determinados a partir do mesmo extrato. Para a determinação do carbono lábil, 0,2 g de amostra de resíduo foi colocada em tubos de centrifuga de 50 mL, adicionando-se 25 mL de solução de KMnO_4 0,33 mol L^{-1} . Os tubos foram tampados, agitados por uma hora e,

posteriormente, centrifugados a 2000 rpm por cinco minutos, sendo 1 mL do sobrenadante transferido para balão volumétrico de 250 mL completando seu volume com água deionizada. Alíquotas de 1 mL de seis soluções-padrões de KMnO_4 , com concentrações variando de 0,28 a 0,33 mmol L^{-1} , sofreram a mesma diluição. Determinou-se a absorvância das soluções diluídas e espectrofotômetro ajustado para o comprimento de onda de 565 nm. A partir da curva-padrão, foi estimado a quantidade de C oxidado (C lábil) considerando que a cada 1 mol de MnO_4^- é consumido na oxidação 0,75 mol de C (9 g de carbono).

Para determinação do nitrogênio em KMnO_4 , 20 mL do sobrenadante centrifugado foram submetidos digestão sulfúrica a destilação por arraste de vapor, conforme descrito no método água quente.

Método Illinois Soil Nitrogen Test (N-ISNT): o procedimento empregado foi proposto por MULVANEY & KHAN (2001), com adaptações para extrair o N em resíduos orgânicos e com as condições existentes no laboratório em. Para recipientes com capacidade para 500 mL e fecho hermético (câmara de difusão tipo Mason Jar) foram transferidos 3 g de amostra, as quais receberam 10 mL da solução de NaOH 2 mol L^{-1} . No interior dos recipientes foi colocado um béquer de 50 mL, de vidro, suspenso com auxílio de um tripé, contendo 5 mL de H_3BO_3 40 g L^{-1} + indicadores, substituindo a placa de petri recomendada no método original (Figura 2). Para cada conjunto de amostras, foi analisada uma amostra em branco contendo apenas as soluções utilizadas.

Após o fechamento das câmaras de difusão, estas foram imediatamente transferidas para banho-maria a 50°C por cinco horas. Ao término do aquecimento, cada béquer contendo a solução indicadora e o NH_4^+ capturado no processo de difusão, foi retirado do interior dos recipientes e acrescentado 5 mL de água deionizada, a fim de padronizar o volume dos extratos. Em seguida, o NH_4^+ foi quantificado por meio de titulação com H_2SO_4 0,0055 mol L^{-1} até o ponto de viragem azul para rosa claro.

O N liberado pela difusão foi calculado $S * T$, onde S é o volume de H_2SO_4 usado na titulação da amostra e T o fator de correção de N (para 0,01 M H_2SO_4 , $T = 280 \mu\text{g N mL}^{-1}$).



Figura 1. Recipiente hermeticamente fechado (Marson jar) com as adaptações para determinação do N pelo método Illinois Soil Nitrogen Test (N-ISNT). (a) antes e (b) após o aquecimento das amostras.

3.3 Fitodisponibilidade de nitrogênio em resíduos orgânicos

A avaliação da fitodisponibilidade do N foi realizada em casa de vegetação na Embrapa Meio ambiente, localizada no município de Jaguariúna - SP, no período de março a outubro de 2018, utilizando amostra de Latossolo Vermelho Distrófico, textura média (EMBRAPA, 2006), coletada na camada de 0-20 cm de profundidade, com características físicas e químicas, descritas no item 3.1.1. As gramíneas *Brachiaria decumbens* foram cultivadas em vasos plásticos com capacidade para 2, 5 kg de amostra de solo, durante três períodos de crescimento.

O delineamento foi em blocos casualizados, em esquema fatorial (7 fontes de N x 4 doses) com três repetições, correspondendo a sete resíduos orgânicos, quatro doses de N, equivalentes a três doses de N calculadas com base na concentração de N Kjeldahl (0,75; 1,5 e 2,25 g N vaso⁻¹) e um controle (somente solo). Os tratamentos empregados foram testemunha (cultivo das plantas sem resíduo orgânico), padrão mineral (cultivo das plantas adubadas com fonte mineral de N) e seis resíduos orgânicos (esterco de poedeira (EP); esterco bovino (EB); cama de frango (CF); lodo de esgoto seco (LS); torta de mamona (TM) e esterco de frango (EF).

Realizou-se a aplicação de calcário dolomítico (CaO = 24%; MgO = 17%; Poder de Neutralização (PN) = 84 %; Poder Relativo de Neutralização Total (PRNT) = 70 %,

objetivando elevar a saturação por bases a 70 e, em seguida foi ajustado para 60 % a capacidade de retenção de água (CRA). Os vasos foram incubados por 30 dias para completa reação do corretivo e, posteriormente, os resíduos orgânicos foram adicionados e permaneceram incubados por mais 20 dias, com a umidade mantida a 60% da capacidade de campo.

Após o período de incubação do solo, em todas as parcelas, efetuou-se a adubação básica, aplicando potássio (K) na forma de KCl com base na dose padrão de 0,8 g vaso⁻¹, a qual foi balanceada com as quantidades de K disponível de cada tratamento (obtido na caracterização do resíduo, tabela 20 do ANEXO II). A dose de K (0,32 g kg⁻¹) foi obtida da literatura como dose para gramíneas sem que se estabeleça efeito de salinidade (GARCEZ, 2013). O fósforo (P), na forma de superfosfato triplo, também foi fornecido com base no teor disponível em cada tratamento (tabela 20 do ANEXO II), para chegar até a dose padrão de 1,26 g vaso⁻¹. Foram aplicados, ainda, no solo de todos os vasos, B (2,5 mg), Cu (5 mg), Mn (1,25 mg), Zn (10 mg) e Mo (0,25 mg), utilizando H₃BO₃, CuSO₄.5H₂O, MnSO₄.3H₂O, ZnSO₄.7H₂O e Na₂MoO₄.2H₂O, respectivamente. Esses sais foram aplicados na forma de solução aquosa antes do plantio. No padrão mineral, as doses de nitrogênio foram fornecidas via solução KNO₃ (0,3 g vaso⁻¹) e o restante do N (0,45; 1,2 e 1,95 g N vaso⁻¹) foi complementado com a aplicação de ureia sólida em superfície.

Antes da semeadura da *Brachiaria decumbens*, as sementes foram colocadas para germinar em bandejas plásticas contendo areia lavada e com umidade adequada para proporcionar ambiente favorável à germinação. O transplante das plântulas ocorreu 10 dias após a germinação, quando apresentavam duas a três folhas. Cinco plântulas uniformes foram escolhidas e transplantadas em cada unidade experimental.

Sessenta dias após o cultivo, procedeu-se o primeiro corte da parte aérea das plantas, com o corte das plantas sendo efetuada à altura de 10 cm do nível do solo. O segundo e terceiro cortes ocorreram com 83 e 123 dias de crescimentos, respectivamente, quando as plantas, apresentaram sintoma visual de deficiência de N (ANEXO III). Durante o período experimental, a irrigação foi feita mediante reposição de água, por pesagem, até cerca de 80 % da capacidade de campo.

Após cada corte da parte aérea, o material vegetal obtido foi lavado em água deionizada, acondicionado em sacos de papel devidamente identificados, secos a 65°C em estufa com circulação forçada de ar até a obtenção de peso constante e triturados em moinho (Tipo Willye). A determinação da concentração de nitrogênio Kjeldahl (NKj) foi

feita por digestão com H₂SO₄ e mistura catalisadora (Cu e Se), aquecidas em bloco digestor (360°C) por 3 h, destiladas com 20 mL de NaOH 10 mol L⁻¹, recolhidas em solução contendo 20 mL de H₃BO₃ e tituladas com H₂SO₄ 0,0025 mol L⁻¹ (CANTARELA & TRIVELIN, 2001).

Com base nas concentrações e produção de matéria seca, calculou-se a absorção de N pela parte aérea (N_{abs}), nos diferentes períodos. A quantidade de N acumulado foi obtida pelo emprego do total de N absorvido pelos capins (soma dos valores de cada corte). Por meio da quantidade acumulada, calculou-se o índice de eficiência dos resíduos orgânicos em disponibilizar N para a parte aérea das plantas, em %.

$$IE\% = \frac{(N_{abs.T} - N_{abs.C})}{N_{aplicado}} * 100$$

em que:

$N_{abs.T}$: Absorção de N pela parte aérea em cada tratamento avaliado

$N_{abs.C}$: Absorção de N pela parte aérea no tratamento controle

$N_{aplicado}$: quantidade de nitrogênio total aplicado

3.4 Análises estatísticas

A análise estatística dos resultados foi realizada empregando-se os aplicativos computacionais “STATISTICA versão 10 e SISVAR (FERREIRA, 2008).

Método de incubação aeróbia: Os dados obtidos foram submetidos à análise da variância, utilizando-se o teste t ao nível de 5% de significância. A partir dos resultados de N_{min} em 126 dias de incubação aeróbia, foram calculados os valores de N potencialmente mineralizável (N₀) de cada resíduo orgânico e a constante de velocidade da reação (k), por meio do modelo de exponencial de primeira ordem (STANFORD & SMITH, 1972). A taxa de mineralização do nitrogênio (TMN), expressa em %, foi adotado uma vez que não era possível empregar a equação de cinética de primeira ordem. O cálculo para TMN seguiu o procedimento descrito na Norma P4.230 (CETESB, 1999).

Métodos químicos: Os dados foram submetidos à ANOVA e teste t com 5% de probabilidade para comparação das médias entre os tratamentos. Também foram realizadas análises de correlação de Pearson entre as quantidade de N extraído pelos métodos químicos e as taxas de mineralização de nitrogênio (TMN) obtidas no experimento de incubação aeróbia e anaeróbia, e entre os resultados do N inorgânico e N Kjeldahl obtidos na caracterização química.

Método de incubação anaeróbia: Utilizou-se a análise de correlação para verificar o grau de associação entre os dados obtidos na incubação anaeróbia e aeróbia, os quais foram testadas a 5% de probabilidade.

Fitodisponibilidade do nitrogênio: Os resultados das plantas foram submetidos à ANOVA e teste t com 5% de probabilidade para comparação das médias entre os tratamentos. Foram feitas análises de correlação de Pearson entre os resultados dos métodos biológicos e químicos com os teores de N acumulado na parte aérea das plantas de braquiária.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Determinação do N fitodisponível em resíduos orgânicos estimado pelo método de incubação aeróbica.

Os valores de N mineralizado durante os 126 dias de incubação aeróbica para cada dose do subproduto e tempo de incubação estão apresentados nas tabelas 4, 5, 6 e 7. Analisando os valores verifica-se que o N mineralizado se mostrou dependente dos tratamentos, sendo notado que características do material orgânico exercem influência sobre a biodisponibilidade desses em solo. Esse comportamento distinto entre os resíduos e as doses, permitiu separar quatro grupos com padrão de mineralização similar.

O primeiro grupo foi representado pelos materiais orgânicos derivados do café, esterco de poedeira, esterco de aves e torta de filtro que apresentaram possível imobilização do N ao longo do tempo (representado pelos valores zero), independente da dose aplicada, exceção para o esterco de poedeira que apresentou imobilização do N, apenas na menor dose, nas condições de realização do experimento (Tabela 4).

Tabela 4. Quantidades (mg kg⁻¹) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do primeiro grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.

Tratamento	Doses	Tempo de incubação (dias)										
		0	7	14	28	42	56	70	84	98	112	126
		----- mg kg ⁻¹ -----										
Controle	--	0	0	7,26	23,5	19,31	15,7	14,7	20,2	12,2	26,0	29,3
Película de café	D1	0	3,49	0	0	9,96	0	0	29,8	26,3	1,37	13,3
	D2	0	0	26,9	0	9,73	31,9	27,3	37,1	40,5	19,6	13,8
	D3	0	0	0	0	4,91	40,9	60,1	50,9	43,8	65,1	31,7
Pó de Café	D1	0	17,1	0	0,93	0	0,13	0	6,48	11,6	15,5	13,8
	D2	0	0	0	0	0	0	3,51	18,1	23,1	16,3	17,7
	D3	0	0	0	0	0	0	21,9	24,6	44,8	42,5	28,6
*Cama de película café	D1	0	4,89	0	0	0	8,43	4,32	6,54	10,0	8,06	0
	D2	0	20,3	2,28	0	7,97	17,2	26,3	47,8	21,62	35,2	32,9
	D3	0	0	0	10,1	21,8	29,9	36,9	49,9	29,6	57,7	56,6
Esterco de Poedeira	D1	0	0	0	0	0	0	0	0	2,62	14,4	20,5
	D2	0	21,9	20,8	18,2	43,2	35,7	43,4	40,3	31,3	36,4	33,5
	D3	0	27,9	41,4	39,3	59,5	56,5	51,6	50,5	52,8	63,5	61,8
Esterco de aves	D1	0	0	0	0	31,5	31,5	6,12	9,62	10,5	14,8	13,6
	D2	0	6,13	2,13	24,9	36,5	48,2	28,5	26,3	26,7	32,8	33,0
	D3	0	3,89	12,7	33,8	37,9	55,3	39,4	39,2	44,1	5,7	66,2
Torta de filtro	D1	0	0	10,3	8,62	9,16	10,1	5,18	18,3	0	23,3	3,42
	D2	0	1,90	10,7	0	10,5	21,7	7,98	15,9	0	9,08	21,9
	D3	0	7,08	25,0	6,80	9,12	36,2	16,1	26,4	8,69	21,4	16,3

Nitrogênio aplicado: D1: 150 mg kg⁻¹; D2: 300 mg kg⁻¹ e D3: 450 mg kg⁻¹. *cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango).

Apesar da relação C/N ser um índice muito utilizado como indicador para prever o potencial de disponibilidade de N (AMLINGER et al. 2003), a mineralização do N nos materiais orgânicos derivados do café não foram explicadas por essa variável, uma vez que esses materiais apresentaram C/N inferior a 18 (Tabela 3), que são consideradas adequadas e que poderiam indicar maior potencial de suprimento de N a partir da

decomposição desses materiais (MELO et al., 2008). Em parte, essa possível imobilização observada nos derivados do café ocorreu, provavelmente, em razão das elevadas concentrações de compostos fenólicos, sendo o mais expressivo a polifenoxidase e taninos, podendo atingir até 10% da massa seca (PREETHU et al., 2009; SCALBERT, 1991). Estes compostos podem reduzir a atividade dos microrganismos decompositores por suas propriedades antimicrobianas (SCALBERT, 1991), interferindo, assim, no processo de mineralização do nitrogênio e, conseqüentemente, nas baixas TMN (Tabela 8). Outra característica dos compostos fenólicos que pode interferir no processo de mineralização, consiste na capacidade deste composto formar complexos com grupos nitrogenados, tais como aminas (FERNANDEZ et al., 1998; HOLLMAN et al. 1996), tornando-os resistentes à decomposição.

A relação C/N dos tratamentos (esterco de poedeiras e esterco de aves) variou de 8,2 e 9,2, respectivamente, os quais apresentaram limitações na mineralização do N e, conseqüentemente, valores menores de TMN (Tabela 8). De acordo com BERNAL et al. (1998), relação C/N abaixo de 15/1 indicaria, em princípio, elevado potencial de suprimento de N e maior suscetibilidade do resíduo à decomposição, o que de fato não foi verificado neste estudo.

O esterco de poedeira possui alto teor de N inorgânico, cerca de 36% do N total do resíduo, ou seja, esse N já está na forma disponível. A alta extração do N inorgânico no tempo inicial (tempo 0) em todas as doses (Tabela 8), pode ter prejudicado a obtenção de maiores valores de TMN. Sendo observado a maior extração do N na menor dose do resíduo, com mais de 60% do N extraído inicialmente, o qual prevaleceu a imobilização à mineralização do mesmo.

Já o esterco de aves, a alta condutividade elétrica (Tabela 3) pode ter influenciado na mineralização, uma vez que a salinidade interfere na atividade microbiana (WICHERN et al., 2006) e, conseqüentemente, a decomposição do material orgânico é reduzida. Segundo SHARMA et al. (1997), valores entre 0,64 e 6,85 dS m⁻¹ são considerados normais para resíduos serem utilizados em áreas agrícolas. Na dose 1, observa-se que 21% do NKj aplicado foi mineralizado no início da incubação (tempo 0), ou seja, essa quantidade de resíduo pode não ter alterado a atividade dos microrganismos, fazendo com que o mesmo fosse atacado com maior facilidade. Por outro lado, com o aumento das doses esses valores foram de 1%, provavelmente, devido ao maior aporte do material orgânico que somado a alta condutividade elétrica, fez com que a atividade dos microrganismos fosse influenciada, tornando-a mineralização lenta inicialmente.

No tratamento com torta de filtro, a alta relação C/N (46) e a presença de compostos de difícil degradação pelos microrganismos do solo, pode ter tornado a mineralização mais lenta, resultando em baixa disponibilidade de N (Tabela 4). Segundo (SILVA & RESCK 1997), a decomposição de resíduos com concentração de nitrogênio inferior a 2% ou com relação C/N maior que (> 30) possibilita a imobilização de nitrogênio mineral em função da grande demanda de N pelos microrganismos do solo.

O segundo grupo foi representado pelos resíduos esterco bovino e turfa, que apresentaram comportamento menos variável ao longo do tempo (Tabela 5). No entanto, quanto maior a dose de N menor foi a taxa de mineralização (TMN) desses resíduos (Tabela 8). Coincidentemente, o esterco bovino e turfa são os resíduos que apresentaram menores quantidades de NKj e maiores valores de pH (Tabela 3), que são fatores que influenciam na decomposição. TOGORO (2016) em laboratório, observou mineralização de N mais lenta para resíduos de esterco bovino, indicando a presença de compostos resistentes a degradação microbiológica, como por exemplo, hemicelulose, celulose e lignina (BENJAMIN et al., 2013).

Tabela 5. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do segundo grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.

Tratamento	Doses	Tempo de incubação (dias)										
		0	7	14	28	42	56	70	84	98	112	126
Controle	-	0	0	7,26	23,5	19,31	15,7	14,7	20,2	12,2	26,0	29,3
Esterco bovino	D1	0	22,4	33,2	34,9	23,9	20,8	26,6	37,7	29,9	37,8	43,9
	D2	0	24,4	38,9	35,1	29,2	36,4	30,3	41,9	32,5	38,2	42,6
	D3	0	27,5	40,8	47,1	41,9	48,8	60,0	40,4	33,5	37,9	41,5
Turfa	D1	0	15,9	17,3	27,4	22,1	35,1	10,0	26,5	8,85	35,9	43,3
	D2	0	28,7	35,8	29,6	24,8	41,4	24,9	36,2	19,6	41,3	43,6
	D3	0	15,3	24,1	19,6	15,9	27,2	21,1	38,0	15,5	38,2	47,4

D1: 150 mg kg^{-1} ; D2: 300 mg kg^{-1} e D3: 450 mg kg^{-1}

GARRIDO et al. (2009) e MITCHELL & TU (2005), respectivamente, ao compararem fertilizantes minerais com adubos orgânicos (esterco bovino e cama de frango) verificaram efeito mais prolongado dos resíduos orgânicos no solo devido à sua

taxa mais lenta de mineralização, o que garante às culturas disponibilização mais constante de nutrientes ao longo do ciclo e entre diversos ciclos.

O terceiro grupo é representado pelos resíduos torta de mamona e lodo seco termicamente (Tabela 6). Esses resíduos apresentaram maiores valores de N mineralizado após 126 dias de incubação e, conseqüentemente, as maiores TMN, de modo que os valores médios encontrados foram de 41 para torta de mamona e 32% para o lodo seco, não havendo diferença significativa entre as doses do mesmo resíduo (Tabela 8). A TMN média obtida para o lodo seco (32%) foi muito próxima do valor de 30% citado na Resolução no 375 (CONAMA, 2006), para diferentes tipos de lodo. BOEIRA et al., (2002) e PIRES et al. (2015), em estudo sobre a disponibilidade de nitrogênio após sucessivas aplicações de lodo de esgoto no solo, verificaram valores médios de TMN de 28 e 31%, respectivamente. Apesar da TMN encontrada neste trabalho ser próxima da Resolução no 375 (CONAMA, 2006), deve-se atentar para o efeito residual do N que permanecerá no solo para as próximas culturas.

Tabela 6. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do terceiro grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.

Tratamento	Doses	Tempo de incubação (dias)										
		0	7	14	0	42	56	70	84	98	112	126
		----- mg kg^{-1} -----										
Controle	-	0	0	7,26	23,5	19,3	15,7	14,7	20,2	12,2	26,0	29,3
Torta de mamona	D1	0	51,7	64,5	53,9	69,6	67,6	75,2	68,2	80,8	66,2	62,1
	D2	0	117,4	130,8	117,5	131,9	156,8	154,4	137,3	134,9	145,4	120,6
	D3	0	159,6	186,7	188,7	194,4	240,3	229,9	209,9	206,7	203,8	193,2
Lodo seco	D1	0	37,5	34,6	22,6	30,2	38,4	33,9	73,1	78,9	57,5	47,7
	D2	0	70,8	80,1	67,0	76,3	83,6	99,6	107,8	108,1	119,1	99,9
	D3	0	94,4	101,0	115,4	124,7	144,2	151,6	137,4	151,2	142,8	143,2

D1: 150 mg kg^{-1} ; D2: 300 mg kg^{-1} e D3: 450 mg kg^{-1}

Observa-se também que, a torta de mamona e lodo seco apresentaram aumento abrupto do N mineralizado (N_{min}) nos períodos iniciais de incubação aeróbia de longa duração. Esse comportamento pode ser atribuído à rápida mineralização da parte da matéria orgânica de fácil decomposição (CURTIN & WEN, 1999), uma vez que, ao longo do tempo de incubação a mineralização do N atingiu patamares mais estáveis,

demonstrando que os compostos mais resistentes à decomposição remanescem no processo (RHODEN et al., 2006; YAGI et al., 2009). Alguns estudos já demonstraram a rapidez com que a torta de mamona se mineraliza e, conseqüentemente, disponibiliza seus nutrientes mais rapidamente (BATAGLIA et al., 1983). Esta rápida decomposição pode ser justificada pelos altos teores de nitrogênio, fósforo e potássio presentes na torta de mamona.

O quarto grupo é representado pelo resíduo cama de frango produzida a partir de serragem (Tabela 7). Esse resíduo também apresentou os maiores valores de N mineralizado, porém, com a aplicação das doses maiores do material orgânico, obtiveram-se menores taxa de mineralização de N (Tabela 8). Isso pode ter ocorrido em razão do maior aporte de material orgânico, o qual apresenta na sua composição compostos de difícil decomposição, como hemicelulose, celulose e lignina, que são mais resistentes à ação de microrganismos (BENJAMIN et al., 2013), alterando assim a dinâmica de mineralização do N. Além disso, a condutividade elétrica pode ter influenciado na mineralização, uma vez que a salinidade interfere na atividade microbiana (WICHERN et al., 2006) e, conseqüentemente, a decomposição do material orgânico é reduzida.

Tabela 7. Quantidades (mg kg^{-1}) de nitrogênio (amônio e nitrato) mineralizado durante 126 dias de incubação dos resíduos orgânicos do quarto grupo de resíduos orgânicos em função das doses aplicadas.

Tratamento	Doses	Tempo de incubação (dias)										
		0	7	14	0	42	56	70	84	98	112	126
		----- mg kg^{-1} -----										
Controle	-	0	0	7,26	23,5	19,31	15,7	14,7	20,2	12,2	26,0	29,3
*Cama de serragem	D1	0	31,3	32,1	46,5	61,9	41,7	50,9	37,9	49,6	64,1	55,1
	D2	0	21,9	46,9	64,2	64,3	63,3	42,7	66,3	64,6	85,2	75,9
	D3	0	25,9	31,6	61,8	74,5	75,5	64,7	84,1	84,4	91,8	111,8

D1: 150 mg kg^{-1} ; D2: 300 mg kg^{-1} e D3: 450 mg kg^{-1} . *cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango).

Tabela 8. Cálculo para obtenção da taxa de mineralização do nitrogênio em função dos resíduos orgânicos.

Tratamento	Doses ⁽¹⁾	N inorgânico extraído no tempo 0	N inorgânico extraído após 126 dias	N mineralizado devido ao resíduo após 126 dias de incubação ⁽²⁾	TMN ⁽³⁾
Controle	-	25,7	55,0	-	-
Película de café	D1	29,6	72,2	13,3 b	8,9 a
	D2	29,1	72,2	13,8 b	4,6 a
	D3	32,2	93,2	31,7 a	7,1 a
Pó de café	D1	25,7	68,8	13,8 b	9,2 a
	D2	26,7	73,7	17,7 b	5,9 a
	D3	25,3	83,2	28,6 a	6,4 a
Esterco poedeira	D1	93,9	141,9	20,7 b	13,8 a
	D2	116,7	174,0	35,3 b	11,8 a
	D3	152,8	243,9	64,1 a	14,2 a
Esterco de aves	D1	50,7	93,6	13,6 c	9,0 b
	D2	49,9	112,2	33,0 b	11,0 a
	D3	55,4	150,9	66,2 a	14,7 a
Torta de filtro	D1	19,9	52,6	3,42 a	2,2 a
	D2	16,8	68,0	21,9 a	7,3 a
	D3	4,2	49,7	16,3 a	3,6 a
*Cama de película café	D1	47,6	72,2	0 c	0 b
	D2	50,2	112,4	32,9 b	11,0 a
	D3	54,8	140,7	56,6 a	12,6 a
Esterco Bovino	D1	14,9	87,9	43,9 a	29,1 b
	D2	17,9	89,8	42,6 a	14,2 b
	D3	21,1	91,9	41,5 a	9,2 c
Turfa	D1	18,7	91,2	43,3 a	28,8 a
	D2	17,1	90,4	43,6 a	15,9 b
	D3	30,2	106,6	47,4 a	10,5 c
Torta de mamona	D1	34,6	125,9	62,1 c	41,4 a
	D2	24,2	174,1	120,6 b	40,2 a
	D3	29,4	251,9	193,2 a	42,9 a
Lodo seco	D1	32,9	109,8	47,7 c	31,8 a
	D2	24,2	153,5	99,9 b	33,3 a
	D3	26,3	198,8	143,2 a	31,8 a
*Cama de serragem	D1	25,0	109,4	55,1 c	36,7 a
	D2	31,6	136,8	75,9 b	25,3 b
	D3	38,7	179,7	111,8 a	24,8 b

⁽¹⁾ Doses de N: D1: 150 mg kg⁻¹; D2: 300 mg kg⁻¹ e D3: 450 mg kg⁻¹; ⁽²⁾ N mineralizado devido o resíduo: Nmin = [(N extraído no resíduo T126 - N extraído no resíduo T0) - (N extraído no controle T126 - N extraído no controle T0)]; ⁽³⁾ TMN: taxa de mineralização de nitrogênio = [(N mineralizado acumulado após 126 dias de incubação / N aplicado) *100].

*cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango). **Números seguidos de mesma letra na vertical não se diferenciam entre si a 5% de probabilidade pelo teste t.

Os resultados do N mineralizado (N_{\min}) obtidos ao longo da incubação aeróbia para a maioria dos resíduos estudados não se ajustaram ao modelo exponencial de cinética primeira ordem. Dentre os resíduos, os que ajustaram ao modelo foram a torta de mamona, a cama de frango de serragem e o lodo seco, em função da dinâmica encontrada nestes resíduos, comportamento típico em estudos de incubação de longa duração em amostras de solos em condições controladas (AGEHARA & WARNCKE, 2005; YAGI et al., 2009; MARIANO et al., 2013).

A partir do ajuste foi possível determinar os valores de N potencialmente mineralizável (N_0), a velocidade de degradação (k) e o tempo de meia vida ($T_{1/2}$) em 3 (27 %) dos 11 resíduos orgânicos estudados, com valores de R^2 variando de 0,25 a 0,86 (Tabela 9).

Tabela 9. Parâmetros da equação de cinética de primeira ordem ajustados aos dados de mineralização de N dos tratamentos com diferentes doses (base seca) dos resíduos observados no experimento de incubação aeróbia.

Resíduos	Dose	N_0 ⁽¹⁾ (mg kg ⁻¹)	K ⁽²⁾ (dia ⁻¹)	R^2 ⁽³⁾	$T_{1/2}$ ⁽⁴⁾ (dia ⁻¹)
Torta de mamona	D1	65,0 c	0,217 b	0,34	3 b
	D2	137,2 b	0,261 a	0,25	3 b
	D3	208,2 a	0,191 c	0,29	3 a
*Cama de serragem	D1	44,6 c	0,08 a	0,42	7 c
	D2	64,5 b	0,036 b	0,76	19 b
	D3	93,8 a	0,023 c	0,86	30 a
Lodo seco	D1	40,4 c	0,142 b	0,61	5 a
	D2	95,7 b	0,147 a	0,62	5 a
	D3	139,2 a	0,131 c	0,51	5 a

Doses de N: D1: 150 mg kg⁻¹; D2: 300 mg kg⁻¹ e D3: 450 mg kg⁻¹. *cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango). ⁽¹⁾ N_0 = nitrogênio potencialmente mineralizável em 126 dias de incubação; ⁽²⁾ k dia⁻¹ = velocidade de decomposição; ⁽³⁾ $T_{1/2}$ = tempo de meia vida; R^2 = coeficiente de correlação do modelo de Stanford & Smith (1972). Médias seguidas pelas mesmas letras para as doses dentro de cada resíduo não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade.

Para o nitrogênio potencialmente mineralizável (N_0), ou seja, a quantidade máxima esperada do N (formas inorgânicas) que será liberada no solo tratado com o material orgânico, observa-se diferença significativa entre todos os tratamentos, os quais apresentaram aumento dos valores de N_0 com o aumento das doses aplicadas, assim como observado para os valores de N mineralizado após 126 dias de incubação (Tabela 8).

A velocidade de degradação (k) dos resíduos orgânicos diminuíram com o aumento das doses aplicadas, diferindo significativamente entre si. Já o tempo de meia-vida ($T_{1/2}$) apresentou comportamento inverso a constante (k). A análise do tempo de meia-vida é importante para avaliação da decomposição de resíduos orgânicos, pois sabendo o tempo de meia vida destes materiais, será possível prever o momento que metade do N contido nesses resíduos seja liberado, devendo coincidir com o período de maior exigência nutricional da planta.

A cama de frango de serragem apresentou variação no tempo meia-vida e a torta de mamona e o lodo seco os tempos não diferiram entre si, independente da dose aplicada (Tabela 9), presumindo-se que estes materiais diferenciam quanto à decomposição. A cama de frango de serragem apresenta compostos mais resistentes à decomposição, como por exemplo, hemicelulose, celulose e lignina. A alta condutividade elétrica desse material (Tabela 3), também pode ter influenciado na decomposição desse material, uma vez que salinização do meio pode interferir na atividade dos microrganismos (OADES, 1984).

Para a torta de mamona e o lodo seco, o tempo de meia vida obtido não diferiu entre as doses, podendo indicar semelhança na qualidade do material adicionado. Nota-se que esses materiais apresentaram os maiores teores de NKj e as menores relações C/N (Tabela 3).

4.2 Determinação do N fitodisponível de resíduos orgânicos estimado por incubação anaeróbica.

Em ambientes anaeróbios, a decomposição dos materiais orgânicos ocorre de forma bem mais lenta do que em ambientes drenados devido ao grupo de microrganismos que realiza essa função serem menores e menos eficientes (VAHL, 1999). Como o ambiente é redutor não ocorre o processo de nitrificação, onde o amônio é oxidado em nitrito (NO_2^-) e nitrato (NO_3^-), sendo possível determinar somente a forma de N amoniacal (NH_4^+).

Na incubação anaeróbia os resíduos apresentaram diferentes quantidade de N mineralizado, variando de 0 mg kg^{-1} a 882 mg kg^{-1} (Tabela 10). Os valores de mineralização do N na incubação anaeróbia foram semelhantes aos encontrados na incubação aeróbica, o que permitiu separar grupos de resíduos com taxa de mineralização (TMN) similares.

Tabela 10. Nitrogênio inorgânico total extraído, mineralizado e taxa de mineralização de N após sete dias de incubação anaeróbica.

Tratamento	Dose	N-NH ₄ ⁺ extraído		N mineralizado devido ao resíduo ⁽¹⁾	TMN ⁽²⁾
		Tempo 0	Tempo 7		
		-----mg kg ⁻¹ -----		%	
Controle	-	21,8	46,2		
Película de café	1500	<20*	29,0	6,2	0,4
	3000	<20*	87,8	65,0	2,2
	4500	<20*	91,8	69,0	1,5
Pó de café	1500	<20*	61,9	39,1	2,6
	3000	<20*	77,3	54,5	1,8
	4500	<20*	68,4	45,6	1,0
Esterco Poedeira	1500	<20*	199,8	175,4	11,8
	3000	<20*	240,2	215,9	7,2
	4500	<20*	227,7	203,3	4,5
Esterco de aves	1500	82,0	245,3	138,9	9,9
	3000	206,1	419,1	188,6	6,3
	4500	316,6	604,8	263,9	5,9
Torta de filtro	1500	35,9	4,84	0	0
	3000	<20*	0,71	0	0
	4500	<20*	0,74	0	0
**Cama de película café	1500	<20*	173,6	150,8	10,0
	3000	<20*	288,1	265,3	8,8
	4500	<20*	445,4	422,6	9,4
Esterco Bovino	1500	<20*	121,3	96,9	6,6
	3000	<20*	137,6	113,2	3,8
	4500	<20*	150,6	126,2	2,8
Turfa	1500	<20*	93,4	70,6	4,7
	3000	76,6	100,8	1,4	0,1
	4500	92,1	123,4	8,5	0,2
Torta de Mamona	1500	<20*	557,0	532,6	35,6
	3000	<20*	735,1	710,7	23,7
	4500	<20*	905,3	880,9	19,6
Lodo seco	1500	<20*	436,3	411,9	27,6
	3000	475,7	907,7	407,6	13,6
	4500	683,8	1341	632,9	14,1
**Cama de serragem	1500	174,5	261,9	62,8	4,1
	3000	330,7	417,8	62,7	2,1
	4500	467,4	635,6	143,8	3,2

>* Menor do que o limite de quantificação do aparelho. ⁽¹⁾ N mineralizado devido o resíduo: $N_{min} = [(N_{extraído\ no\ resíduo\ T7} - N_{extraído\ no\ resíduo\ T0}) - (N_{extraído\ no\ controle\ T7} - N_{extraído\ no\ controle\ T0})]$; ⁽²⁾ TMN: taxa de mineralização de nitrogênio = $[(N_{mineralizado\ acumulado\ após\ 7\ dias\ de\ incubação} / N_{aplicado}) * 100]$.

** cama de frango (material orgânico utilizado como substrato nos aviários de frango).

O primeiro grupo é formado pelos resíduos torta de mamona e lodo seco, os quais apresentam baixa relação C/N (6,5 e 5,8, respectivamente) e altos teores de N Kjeldahl (63 e 53,8 g kg⁻¹, respectivamente), o que poderia explicar a maior taxa de mineralização de nitrogênio. O segundo grupo é formado por resíduos que apresentaram valores intermediários de TMN, os quais são representados pelos resíduos com maiores concentrações de N inorgânico disponível (poedeira, cerca de 36% do NKj) e pH de 8,7 e 9,1 (esterco de aves e cama de frango de película de café). O terceiro grupo é representado para aqueles que apresentaram TMN distintas entre os dois métodos de incubação (película de café, esterco bovino, pó de café, cama de frango de serragem e turfa). Os resíduos derivados do café (película de café e pó de café), apresentam quantidades variadas de taninos, e uma das características dessa substância é a sua função antimicrobiana (SCALBERT, 1991). Os outros resíduos representados neste grupo, são os resíduos que apresentam compostos mais resistentes a degradação microbológica, como por exemplo, hemicelulose, celulose e lignina (MIKHA et al., 2006). Por último, o quarto grupo é representado pela torta de filtro, resíduo com alta relação CN de (46). Materiais com relação C/N alta são ricos em carbono, mas pobres em nitrogênio, e quando adicionados ao solo promovem o aumento populacional dos microrganismos. Devido à baixa concentração de N mineral presente, a necessidade metabólica dos microrganismos não foi suprida e, portanto, sua degradação foi limitada.

Os valores de TMN obtidos pelos dois métodos biológicos apresentaram correlações significativa entre si, nas condições em que o experimento foi realizado. O N recuperado pela incubação anaeróbica representou 48% da incubação aeróbica, obtendo a seguinte equação: (TMN_{anaeróbio} = 0,4733 * TMN_{aeróbio} - 0,8314; R² = 0,48; p<0,01; n=11). Os resultados de TMN do método de incubação anaeróbia são menores dos encontrados no método aeróbio, e abaixo dos valores de 0,83 mg kg⁻¹ o método de incubação anaeróbia não é capaz de responder.

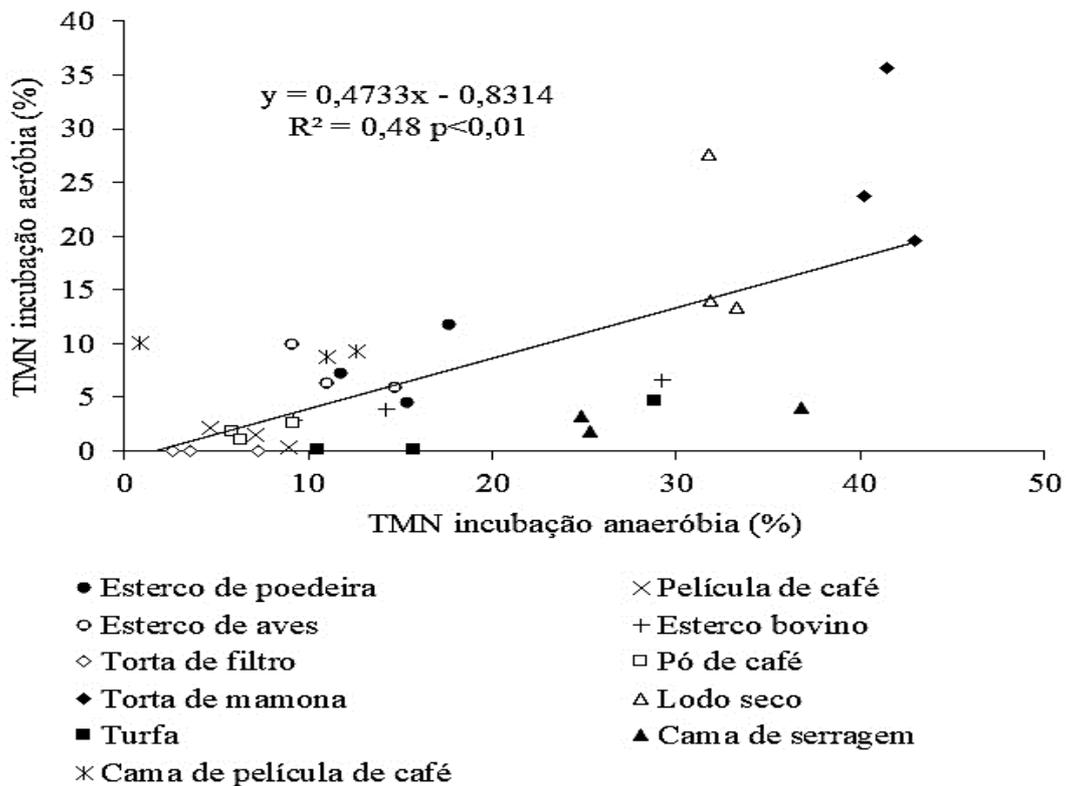


Figura 2. Correlação entre as taxas de mineralização de N (%), em 7 dias de incubação anaeróbia e em 126 dias de incubação aeróbia.

Deste modo, a partir dos dados obtidos em incubação anaeróbia de apenas sete dias, permitiu afirmar que a incubação anaeróbia foi promissora para quantificação a mineralização do N em resíduos orgânicos. A avaliação da mineralização do N pelo método de incubação anaeróbica tem sido estudada em diversas pesquisas, como na de BOEIRA et al. (2009), em solos incorporados com lodo, ou de YAGI et al (2009) que analisaram a mineralização do N em 22 solos do Estado de São Paulo. Em todos os trabalhos, foram encontradas correlações positivas para as mesmas variáveis, com coeficientes de correlação de 0,84 e 0,79, respectivamente. Além disso, relações significativas entre o N mineralizado e o N absorvido pelas plantas de milho no campo ($R^2 = 0,69$), também foram constatadas em incubação anaeróbica em solo tratado com lodo de esgoto (PIRES et al., 2015).

4.3 Determinação do nitrogênio fitodisponível em resíduos orgânicos pelos métodos químicos

Com o objetivo de avaliar cada extrator, foi feita a média entre os valores obtidos para cada resíduo orgânico. Assim, observa-se que a maior eficácia de extração do N em relação ao teor de N Kjeldahl (NKj) presente no resíduo foi obtida pelo extrator KMnO_4 , diferenciando-se de todos os outros extratores (Figura 3). Essa maior capacidade de extração pode ser explicada por se tratar de um agente oxidante de compostos orgânicos, que permitiu extrair aproximadamente 25% do NKj total do resíduo orgânico. Desta forma, os valores médios de N extraídos nos resíduos orgânicos pelos métodos químicos avaliados em relação ao N- Kjeldahl (Figura 3), indicaram a seguinte ordem crescente de intensidade de extração: água fria < água quente < KCl quente < NaHCO_3 < ISNT < KMnO_4 .

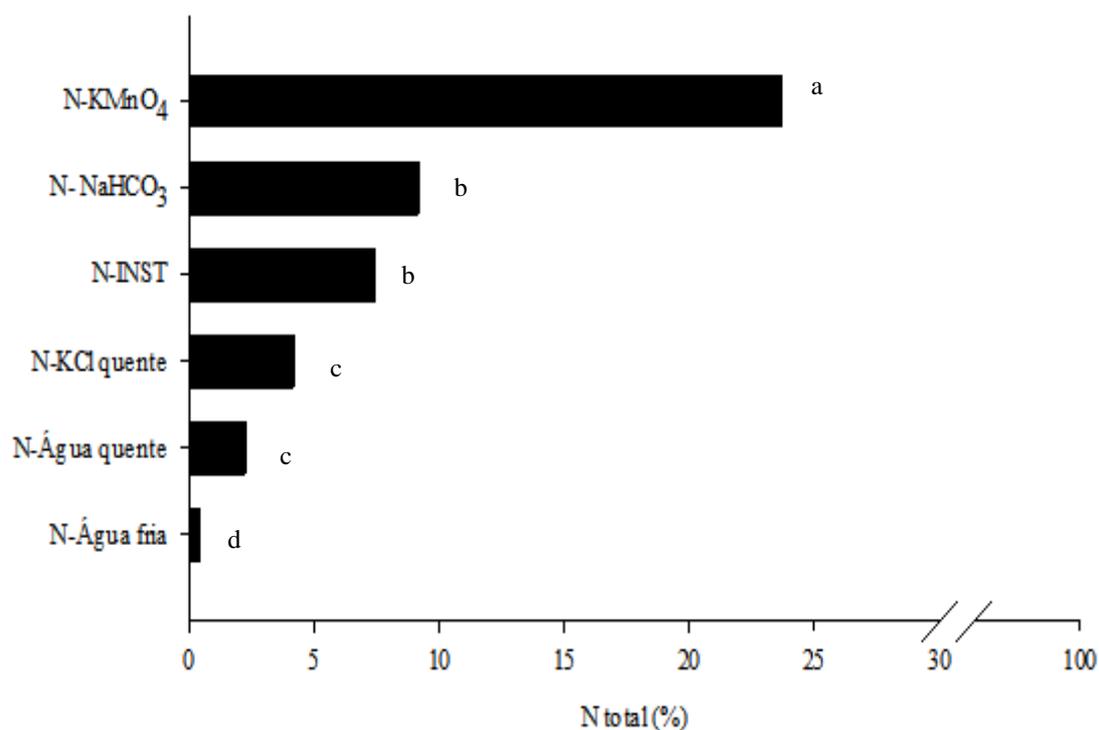


Figura 3. Teor médio do N extraído pelos métodos químicos em relação ao N Kjeldahl obtido na caracterização dos 11 resíduos

Avaliando o comportamento dos extratores em cada material, observa-se que o método água fria foi pouco eficiente para extrair o N dos resíduos testados (tabela 11), sendo, em média, menos de 0,05% do N total foi recuperado por esse método. A baixa

extração do N, deve-se ao extrator agir nas formas de N solúvel em água, não sendo capaz de digerir o N orgânico (CORDOVIL et al., 2007). Esse fato indica a pouca eficiência da água em temperatura ambiente como extratora de N nos resíduos quando o objetivo é determinar o N mineralizável.

Os métodos químicos que utilizaram água e KCl 2 mol L⁻¹ aquecidos (80° e 100°C, respectivamente), resultaram em quantidades de N variando de 0,01 a 1,93 g kg⁻¹ e de 0,01 a 3,78 g kg⁻¹, respectivamente (Tabela 11). Apesar de extraírem quantidades diferentes de N, ambos os extratores se comportaram de forma semelhante em relação a quantidade de N extraído (Tabela 12). Dentre as 11 fontes de N avaliadas, sete não diferiram significativamente do teor desse elemento quando foi extraído com o método N-KCl frio (N mineral que já está disponível), indicando que as soluções se equivaleram quanto à capacidade de extração do elemento nessas amostras. Para os demais resíduos, o conteúdo de N extraído pela solução de KCl após aquecimento, foi, em média, 3 vezes superior em relação ao conteúdo de N obtido no método N-KCl frio, exceto para o esterco poedeira, onde a maior extração do N foi no método N-KCl frio. Segundo CHANTIGNY et al. (2010) e ST. LUCE et al., (2011), a solução de KCl inclui a quantificação de formas solúveis e trocáveis de N, frações solúveis de N orgânico e compostos nitrogenados diversos, originários do aquecimento das amostras.

Os resultados de N-ISNT (KHAN et al., 2001) e N-NaHCO₃ (HONG, 1990), obtidos no presente trabalho foram superiores estatisticamente aos teores N extraídos por N-KCl frio para a maioria dos materiais estudados (Tabela 11), exceção para os resíduos com baixos teores de N Kjeldahl (torta de filtro, esterco bovino e turfa). O método Illinois proposto para determinar a fração de N aminoaçúcares hidrolisável + NH₄⁺ liberados durante a reação com NaOH e o método NaHCO₃ por serem extratores alcalinos, podem ter se comportado de maneira semelhante na extração do N, indicando que compartimentos (pool) semelhantes de N orgânico foram extraídas (Figura 2), presumidamente aminoácidos, aminoaçúcares e amidas (YAGI et al., 2008).

A determinação do N-KMnO₄ resultou em maiores valores de N extraído (Tabela 11) correspondente a 25% do N Kjeldahl do resíduo. Nos resíduos torta de mamona e lodo seco, esses teores foram maiores, em média, a 16 e 10% do teor do N total, respectivamente. Provavelmente, a concentração de KMnO₄ utilizada esteja oxidando frações compostos orgânicos nitrogenados mais estáveis e a correlação significativa com os teores de N Kjeldahl (r = 0,88) podem explicar a alta capacidade de extração de N pelo método.

Tabela 11. Valores médios de nitrogênio (g kg^{-1}) extraído com os métodos químicos estudados, nitrogênio inorgânico total e nitrogênio Kjeldahl para os 11 resíduos orgânicos.

Resíduos	Métodos químicos							
	N-AF ⁽¹⁾	N-AQ ⁽²⁾	N-KClq ⁽³⁾	N-ISNT ⁽⁴⁾	N-NaHCO ₃ ⁽⁵⁾	N-KMnO ₄ ⁽⁶⁾	N-inorgânico ⁽⁷⁾	NK ⁽⁸⁾
-----g kg ⁻¹ -----								
Esterco de Poedeira	0,39 F	0,69 EF	0,58 EF	1,84 DE	6,1 B	2,25 D	3,59 C	9,92 A
Película de café	0,04 D	0,06 D	0,30 D	1,61 C	0,14 D	10,1 B	0,09 D	23,4 A
Esterco de frango	0,14 E	1,93 CD	2,72 C	3,14 C	2,48 C	5,76 B	1,04 D	25,8 A
Torta de filtro	0,01 A	0,01 A	0,01 A	0,01 A	0,3 A	0,17 A	0,02 A	1,16 A
Esterco Bovino	0,07 C	0,28 C	0,13 C	0,43 C	0,46 C	1,64 B	0,13 C	5,9 A
Pó de café	0,09 D	0,22 D	0,22 D	1,18 C	0,96 C	2,73 B	0,49 D	25,6 A
Torta de mamona	0,04 E	0,31 E	0,46 E	4,48 C	1,93 D	23,8 B	0,33 E	66,3 A
Cama de frango de película de café	0,29 F	0,87 EF	2,45 CD	2,69 CD	6,16 B	3,68 C	2,03 DE	25,9 A
Cama de frango de serragem	0,16 D	1,4 D	3,78 C	3,64 C	4,88 C	8,20 B	0,69 D	24,5 A
Lodo seco	0,15 F	1,06 EF	2,15 DE	3,69 C	3,19 CD	18,2 B	1,62 E	53,8 A
Turfa	0,01 B	0,13 B	0,14 B	0,52 B	0,4 B	1,28 B	0,03 B	9,5 A

⁽¹⁾N extraído com água em temperatura ambiente; ⁽²⁾N extraído com água empregando aquecimento por 16h; ⁽³⁾N extraído com solução de KCl 2 mol L⁻¹ empregando aquecimento por 4h; ⁽⁴⁾N extraído pelo método Illinois Soil Test Nitrogen; ⁽⁵⁾N extraído com solução de NaHCO₃ 0,01 mol L⁻¹; ⁽⁶⁾N extraído com solução de KMnO₄ 0,33 mol L⁻¹; ⁽⁷⁾N mineral extraído pelo método de destilação a vapor; ⁽⁸⁾N extraído pelo método Kjeldahl.

*médias seguidas de mesma letra na horizontal não diferem entre si pelo Test t, a 5% de probabilidade.

Apesar das diferenças na quantidade de N extraído, os métodos químicos N-AF, N-AQ, N-KCl à quente e N-NaHCO₃ se correlacionaram com os teores de N inorgânico (N mineral já disponível) nos resíduos, com valores de r variando de 0,43 a 0,89. Resultados semelhantes foram obtidos por GIANELLO et al. (2000) e YAGI et al. (2009), que observaram correlações entre o N extraído com AQ e KCl à quente com a própria análise química de determinação do N inorgânico.

Os resultados mostram a baixa eficiência de extração desses métodos, quando o objetivo é determinar o N mineralizável, uma vez que apresentaram correlações significativas com a quantidade de N inorgânico, ou seja, aquela que já estava disponível no resíduo (Tabela 12). Sob o ponto de vista ambiental, o emprego desses métodos pode ser interessante, em especial para o nitrato (NO₃⁻) que em quantidades elevadas podem ser perdidos por lixiviação e conseqüentemente agravar os problemas de contaminação ambiental de corpos de água subterrânea. Porém, para fins agronômicos sua capacidade em estimar o fornecimento de N, partindo do princípio que o N nos resíduos está predominantemente na forma orgânica, não representa grande ganho.

As quantidades de N extraídas pelos métodos ISNT e NaHCO₃ se correlacionaram, com valor de r = 0,50 (Tabela 12). Apesar da correlação significativa entre os métodos, o método ISNT não apresentou correlação com os teores de N inorgânico, uma vez que alguns dos resíduos estudados apresentam em sua composição teores elevados de nitrato (NO₃⁻) já disponível e, como o método quantifica especificamente as formas de NH₄⁺ + aminoaçúcares, este não foi recuperado. Por outro lado, este método apresentou

O KMnO₄ foi correlacionado com o N Kjeldahl (r = 0,88), sendo essa relação atribuída a possível oxidação química que o KMnO₄ causa as frações orgânicas de N que não se encontram facilmente disponíveis (VIEIRA et al., 2007), o que provavelmente disponibilizou o N que estavam nas formas orgânicas. Esses resultados corroboram com SHARIFI et al. (2007) e SCHOMBERG et al. (2009) que encontraram correlações com o N total do solo.

Tabela 12. Coeficiente de correlação de Pearson (r) entre os métodos químicos testados, teores de nitrogênio inorgânico e nitrogênio Kjeldahl obtidos na caracterização dos resíduos orgânicos.

Métodos	N-AF ⁽¹⁾	N-AQ ⁽²⁾	N-KClq ⁽³⁾	N-ISNT ⁽⁴⁾	N-NaHCO ₃ ⁽⁵⁾	N-KMnO ₄ ⁽⁶⁾	N-inorgânico ⁽⁷⁾	N-Kjeldahl ⁽⁸⁾
N-AF	1,00	0,48*	0,43*	0,29	0,87*	-0,07	0,79*	-0,02
N-AQ		1,00	0,89*	0,62*	0,56*	0,20	0,58*	0,26
N-KClq			1,00	0,66*	0,63*	0,26	0,51*	0,35*
N-ISNT				1,00	0,50*	0,76*	0,29	0,87*
N-NaHCO ₃					1,00	0,13	0,77*	0,16
N-KMnO ₄						1,00	0,00	0,87*
N-inorgânico							1,00	0,05
N-Kjeldahl								1,00

^{k(1)}N extraído com água em temperatura ambiente; ⁽²⁾N extraído com água empregando aquecimento por 16h; ⁽³⁾N extraído com solução de KCl 2 mol L⁻¹ empregando aquecimento por 4h; ⁽⁴⁾N extraído com solução de NaHCO₃ 0,01 mol L⁻¹; ⁽⁵⁾N extraído pelo método Illinois Soil Test Nitrogen; ⁽⁶⁾N extraído com solução de KMnO₄ 0,33 mol L⁻¹; ⁽⁷⁾N inorgânico (NH₄⁺ - NO₂⁻ e NO₃⁻) extraído pelo método de destilação a vapor; ⁽⁸⁾N extraído pelo método Kjeldahl. *significativo a 5%.

Sabe-se que a fração orgânica contribui significativamente para o fornecimento do N às plantas, por meio da mineralização (CANTARELLA et al., 1999). Entretanto, os métodos aqui estudados, tais como: água fria, água quente, KCl quente e NaHCO₃ refletem a porção inorgânica do N (r = 0,79; 0,58; 0,51 e 0,77), respectivamente, que são prontamente fitodisponíveis (Tabela 12). Enquanto, os extratores Illinois e KMnO₄ refletem a porção orgânica nestes resíduos (r = 0,87 p < 0,01) (Tabela 12), sendo esses promissores para estimar o N mineralizável.

Os métodos químicos que apresentaram correlação com o nitrogênio Kjeldahl (NKj), também apresentaram correlação significativa com as quantidades de N mineralizadas nos métodos biológicos (aeróbio e anaeróbio) (Tabela 13). Apesar do que se tem na literatura, de que métodos de extração mais intensa são geralmente menos eficientes em predizer o N potencialmente mineralizável, o estudo revelou correlações significativas com os métodos biológicos, sugerindo ser índices promissores para estimar o N fitodisponível em resíduos orgânicos, baseado na comparação de coeficientes de correlação.

Tabela 13. Coeficiente de correlação de Pearson (r) entre o N extraído pelos métodos químicos ISNT e KMnO₄ com as quantidades de N mineralizadas nos métodos biológicos de incubação sob condições aeróbicas e anaeróbicas.

Métodos	N-INST ⁽¹⁾	N-KMnO ₄ ⁽²⁾
N mineralizado incubação aeróbia ⁽³⁾	0,66*	0,74*
N mineralizado incubação anaeróbia ⁽⁴⁾	0,76*	0,79*

⁽¹⁾ N extraído pelo método Illinois Soil Test Nitrogen; ⁽²⁾ N extraído com solução de KMnO₄ 0,33 mol L⁻¹; ⁽³⁾ N mineralizado após 126 dias de incubação aeróbia; ⁽⁴⁾ N mineralizado após sete dias de incubação anaeróbia. *significativo a 5%.

4.4. Fitodisponibilidade do nitrogênio em resíduos orgânicos

A aplicação de resíduos orgânico favoreceu a absorção de nitrogênio na parte aérea da braquiária, porém em diferentes concentrações em função dos resíduos orgânicos aplicados (Tabela 14). Pelos teores de N na parte aérea das plantas no primeiro corte do capim, nas três doses aplicadas, pôde-se avaliar a velocidade de liberação do nitrogênio pelos resíduos orgânicos.

Assim, as plantas adubadas com padrão mineral, torta de mamona, lodo seco e esterco de poedeira acumularam N em níveis elevados na parte aérea, assim como apresentaram maior rendimento de matéria seca, evidenciando um bom desenvolvimento e a sua pronta disponibilidade. Por outro lado, o resíduo que apresentou menor acúmulo de N na parte aérea no primeiro corte foi a cama de frango com serragem. Esse menor acúmulo provavelmente se deve à presença de compostos mais resistentes a degradação microbológica, como por exemplo teores de celulose, hemicelulose, celulose e lignina (BENJAMIN et al., 2013). Dessa forma, são decompostos mais lentamente no solo e menor quantidade de nutrientes é liberada para as plantas.

Nos cortes subsequentes, praticamente todos os adubos orgânicos apresentaram comportamento semelhante, provavelmente em função do teor de N, relação C/N, bem como o estágio de humificação dos resíduos, variáveis que exercem influência sobre a biodisponibilidade desses materiais em solo (MORAL et al., 2005).

Tabela 14. Valores médios da massa seca e concentração de nitrogênio (N) na parte aérea da *Braquiária decumbes* no primeiro, segundo e terceiro corte em função das fontes nitrogenadas.

Tratamento	Dose 1 (750 mg vaso ⁻¹)			Dose 2 (1500 mg vaso ⁻¹)			Dose 3 (2250 mg vaso ⁻¹)		
	Corte 1 ⁽¹⁾	Corte 2 ⁽²⁾	Corte 3 ⁽³⁾	Corte 1 ⁽¹⁾	Corte 2 ⁽²⁾	Corte 3 ⁽³⁾	Corte 1 ⁽¹⁾	Corte 2 ⁽²⁾	Corte 3 ⁽³⁾
Massa seca da parte aérea									
-----g vaso ⁻¹ -----									
Testemunha	13,4 c	5,9 e	5,4 e	13,4 c	5,9 e	5,4 e	13,4 c	5,9 e	5,4 e
Padrão mineral	18,9 ab	15,2 a	12,3 a	22,3 a	19,0 a	14,1 a	19,7 ab	22,3 a	14,7 a
Esterco poedeira	17,0 ab	11,3 bc	8,7 b	19,2 ab	12,7 c	10,5 c	19,0 ab	17,1 bc	11,5 b
Torta de mamona	20,1 ab	11,6 ab	6,2 b	19,2 ab	17,5 b	10,3 b	21,0 a	18,2 ab	11,1 b
Esterco bovino	15,6 bc	9,0 d	7,9 cd	18,3 b	9,3 d	7,7 e	16,6 bc	11,2 c	8,6 d
Esterco de aves	16,2 bc	8,5 cd	9,8 bc	15,7 bc	12,4 d	10,5 de	18,9 ab	12,7 d	11,5 c
Cama de serragem	13,4 c	7,2 e	9,8 d	17,6 bc	12,9 c	11,0 cd	19,3 ab	15,0 cd	14,4 b
Lodo seco	18,3 ab	10,5 b	9,3 b	19,2 b	13,5 cd	12,2 bc	20,0 ab	17,9 bc	12,9 b
Concentração de N na parte aérea									
-----g kg ⁻¹ -----									
Testemunha	8,5 d	5,8 e	5,8 e	8,5 e	5,8 d	5,8 e	8,5 d	5,8 f	5,8 f
Padrão mineral	22,6 a	9,2 a	7,3 a	25,9 a	11,5 a	8,5 a	28,8 a	15,7 a	10,0 a
Esterco poedeira	13,9 c	8,7 c	7,7 bc	19,3 c	9,6 b	8,6 b	22,9 b	11,8 c	10,8 c
Torta de mamona	17,3 b	8,4 b	7,0 b	21,9 b	9,5 b	8,3 b	23,3 b	11,5 c	8,4 c
Esterco bovino	9,5 d	7,3 de	5,9 d	9,5 e	7,2 d	7,5 d	13,6 c	7,6 e	8,0 e
Esterco de aves	10,1 d	7,3 d	5,4 d	12,6 d	8,0 c	6,0 d	14,2 c	9,1 d	6,9 e
Cama de serragem	8,7 d	8,6 d	7,9 d	12,7 d	7,7 c	8,8 c	14,8 c	10,4 d	8,9 d
Lodo seco	13,5 c	8,2 c	7,4 c	24,5 a	11,0 a	8,8 a	26,7 a	14,5 b	9,5 b
**N absorvido na parte aérea									
-----mg vaso ⁻¹ -----									
Testemunha	114 d	34,2 e	31,3 d	114 e	34,2 f	31,3 d	114 e	34,2 f	31,3 f
Padrão mineral	427 a	140 a	89,8 a	576 a	218 a	120 a	567 a	350 a	147 a
Esterco poedeira	236 c	98,3 b	67,0 b	371 c	122 c	90,3 b	435 c	202 c	124 c
Torta de mamona	348 b	97,4 b	43,4 c	420 b	166 b	85,5 b	489 b	209 c	93,2 c
Esterco bovino	148 d	65,7 d	46,6 c	174 d	67,0 e	57,7 c	226 d	85,1 e	68,8 e
Esterco de aves	164 d	62,0 d	52,9 c	198 d	99,2 d	63,0 c	268 d	115 d	79,3 e
Cama de serragem	116 d	61,9 d	77,4 b	223 d	99,3 d	97,0 b	286 d	156 d	128 d
Lodo seco	247 c	86,1 c	68,8 b	470 b	148 b	107 b	534 a	259 b	122 b

*Números acompanhados da mesma letra na vertical não diferenciam entre si pelo teste t a 5% de probabilidade. ⁽¹⁾ primeiro corte (60 dias); ⁽²⁾ segundo corte (83 dias); ⁽³⁾ terceiro corte (123 dias).

** N absorvido na parte aérea = (peso massa seca * concentração de N na parte aérea).

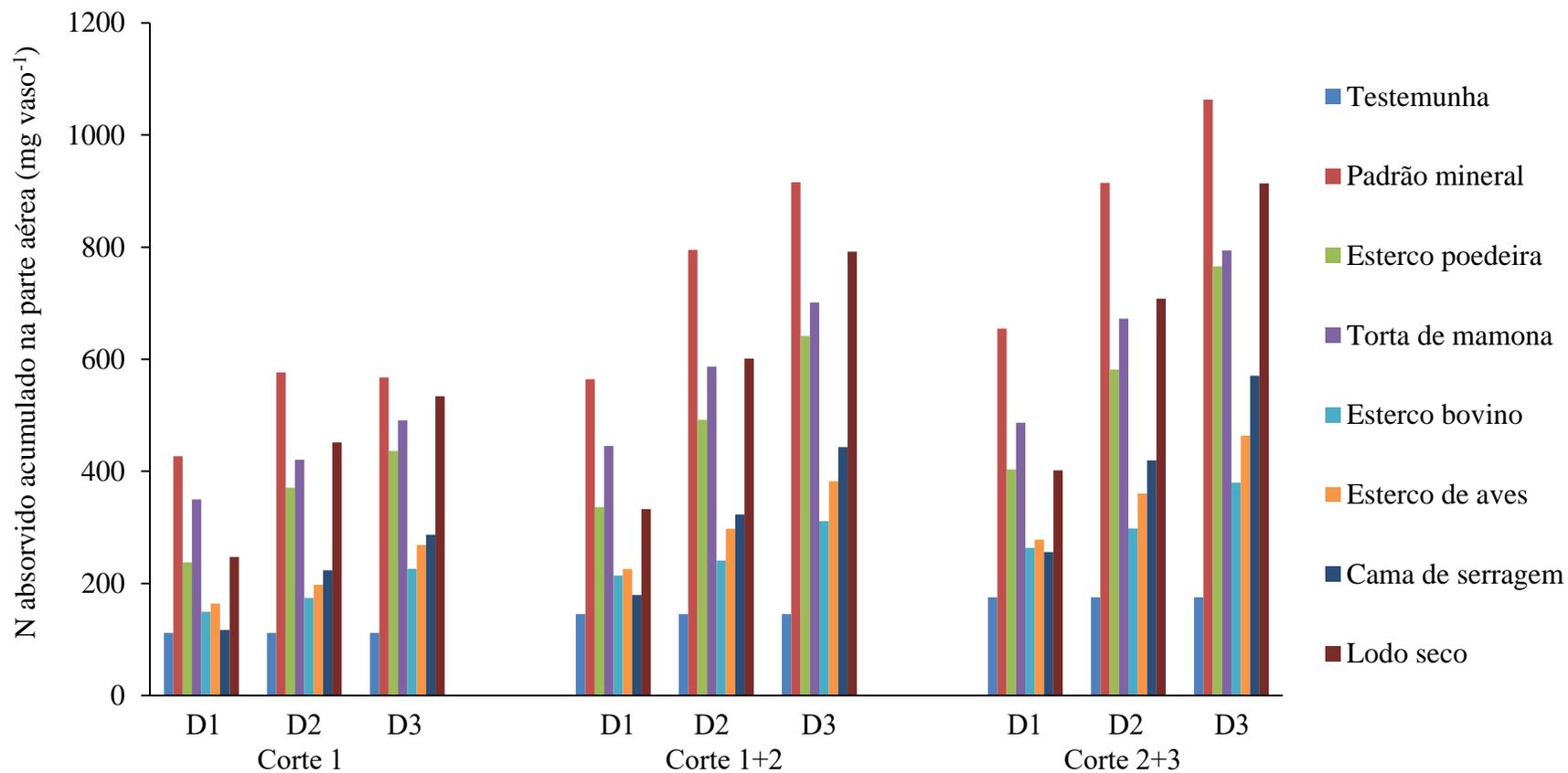


Figura 4. Valores médios do nitrogênio (N) absorvido acumulado¹ na parte aérea no primeiro, segundo e terceiro corte da *Braquiária decumbes* em função das fontes nitrogenadas. ⁽¹⁾ somatória do N absorvido na parte aérea dos três cortes (primeiro, segundo, terceiro). Doses de N: D1: 150 mg kg⁻¹; D2: 300 mg kg⁻¹ e D3: 450 mg kg⁻¹.

Os maiores teores de N acumulado pela parte aérea foram obtidos para o tratamento que recebeu padrão mineral em todas as doses. Este resultado é esperado, visto que o N aplicado via nitrato de amônio está prontamente disponível para a absorção das plantas de braquiária (Tabela 14). Apesar de ser o tratamento que apresentou maior quantidade de N acumulado pela parte aérea, observa-se tendência de um decréscimo na eficiência de uso do fertilizante mineral quanto maior a dose aplicada (Tabela 15). A aplicação de fertilizantes minerais pode representar perdas de até 50% do total de N aplicado, diminuindo a eficiência de uso desse insumo pelas plantas (CANTARELLA, 2007).

O lodo seco e a torta de mamona também apresentaram as maiores concentrações de N acumulado na parte aérea da braquiária, sendo esses os resíduos ricos de N Kjeldahl (53,8 e 63 g kg⁻¹, respectivamente), e os que apresentaram as menores relações C/N (5,8 e 6,5, respectivamente), o que poderia explicar a alta mineralização. Em consequência, ambos resíduos orgânicos apresentaram os maiores valores de eficiência, com valores médios de 34% (Tabela 15). Pelas quantidades totais de N absorvido pelas plantas, observou-se comportamento foi muito semelhante ao que ocorreu no experimento de incubação aeróbia e anaeróbia, em que a torta de mamona e lodo seco apresentaram os maiores valores de N mineralizado e, conseqüentemente, as maiores TMN, sendo de 41 e 32%, respectivamente, no método de incubação aeróbia e de 26 e 18 %, respectivamente, no método de incubação anaeróbia. O esterco de poedeira apresentou quantidades semelhantes e pouco inferior à dos resíduos anteriormente citados em relação a concentração de N acumulado na parte aérea da braquiária e eficácia de uso desse insumo.

Tabela 15. Índice de eficiência de uso de nitrogênio (%) em função das fontes nitrogenadas.

Dose	Padrão mineral	Lodo seco	Torta de mamona	Esterco poedeira	Cama de serragem	Esterco de aves	Esterco Bovino
----- % -----							
D1	63,9 a	30,2 a	41,6 a	30,4 a	10,8 a	13,7 a	11,8 a
D2	49,3 b	35,5 a	33,1 b	27,1 a	16,3 b	12,3 a	8,2 a
D3	39,5 c	32,8 a	27,5 c	26,2 a	17,6 b	12,8 a	9,1 a

Índice de eficiência de uso= [(N absorvido – N absorvido pela testemunha) / N aplicado] *100. Doses de N: D1: 750 mg kg⁻¹; D2: 1500 mg kg⁻¹ e D3: 2250 mg kg⁻¹.

Os resíduos esterco de aves, esterco bovino e cama de frango de serragem foram os que apresentaram as menores quantidades de N acumulado na parte aérea (Tabela 14) e, conseqüentemente foram absorvidos em baixas eficiência de uso pelo capim-braquiária (Tabela 15). Os valores baixos de absorção estão possivelmente relacionados com mineralização mais lenta desses resíduos, assim como foi observado na incubação aeróbia (item 4.1), além das menores quantidades de N kjeldahl total e valores altos de pH encontrados para esses resíduos (Tabela 3), que são fatores que influenciam na decomposição.

4.3.1 Correlação entre os métodos biológicos de incubação, N extraído pelos químicos e a eficiência de uso de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária

Os valores de TMN obtidos pelo método de incubação anaeróbia de curta duração e aeróbia de longa duração se correlacionaram significativamente ($r = 0,65^*$), e com os valores de índice de eficiência tanto no primeiro como nos cortes subsequentes, com valores de r variando de $0,76^*$ a $0,82^*$, respectivamente (Tabela 16). No presente caso, o método de incubação anaeróbia explica 78 % do N acumulado na parte aérea (obtido após 123 dias de incorporação dos resíduos), enquanto o método de incubação aeróbia explica 58 % do N acumulado.

Tabela 16. Coeficientes de correlação linear (r) entre os valores de TMN obtidos nos métodos biológicos de incubação, N extraído pelos métodos químicos e a eficiência de uso de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária

	TMN (anaeróbio)	TMN (aeróbio)	ISNT	KMnO ₄	IE % (corte 1)	IE % (corte 1+2)	IE % (corte 2+3)
TMN (anaeróbio)	1,00	0,65*	-0,09	-0,34	0,82*	0,81*	0,78*
TMN (aeróbio)		1,00	0,24	-0,43	0,51*	0,54*	0,58*
N-ISNT			1,00	-0,15	-0,20	-0,17	-0,11
N-KMnO ₄				1,00	-0,15	-0,11	-0,06
IE % (corte 1)					1,00	0,99*	0,98*
IE % (corte 1+2)						1,00	0,99*
IE % (corte 2+3)							1,00

TMN aeróbio: Taxa de mineralização do nitrogênio por incubação aeróbia; TMN anaeróbio: Taxa de mineralização do nitrogênio por incubação anaeróbia; ISNT: N extraído pelo método Illinois Soil Test Nitrogen; KMnO₄: N extraído com solução de KMnO₄ 0,33 mol L⁻¹; IE: Índice de eficiência = [(N absorvido – N absorvido pela testemunha) / N aplicado] *100. Corte 1 (60 dias); ⁽²⁾ Corte 2 (83 dias); ⁽³⁾ Corte 3 (123 dias). *significativo a 5%.

As figuras 4 e 5 abaixo caracterizam a correlação entre as TMN obtidas nos métodos biológicos e o índice de eficiência dos resíduos orgânicos como fonte de N para as plantas de capim-braquiária. Aparentemente, verifica-se um dado isolado dos demais (referente ao esterco poedeira) nos gráficos de correlação poderia ter resultado menores valores de R, no entanto, a exclusão deste ponto causou aumento das correlações entre os resultados do método de incubação anaeróbia e aeróbia de longa duração com a N acumulado na parte aérea. Admitindo que 36 % do NK total desse resíduo encontra-se em forma já disponível ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$), pode-se supor que a subtração do N inorgânico encontrado no “tempo inicial” das quantidades de N mineralizadas nos métodos biológicos, pode ter reduzido a correlação, uma vez que essas sejam formas facilmente disponibilizadas para o capim-braquiária.

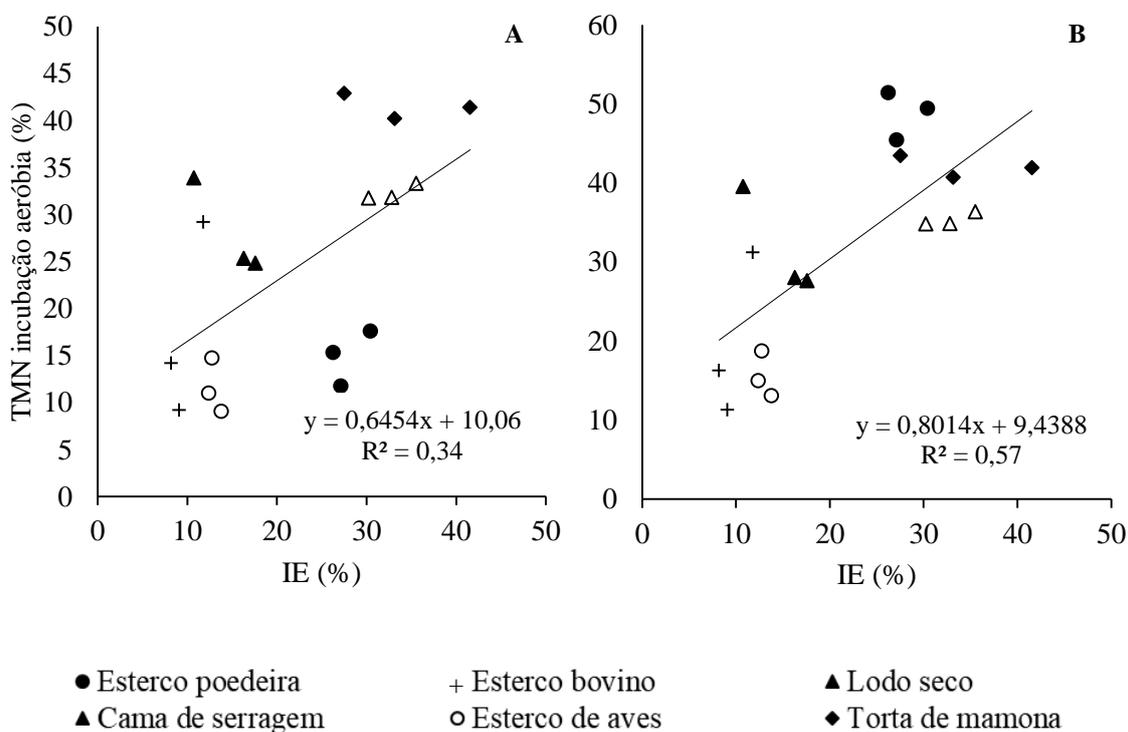


Figura 5. Correlações entre o índice de eficiência do resíduo orgânico como fonte de N para capim-braquiária obtidas após 123 dias de experimento e a taxa de mineralização do nitrogênio em 126 dias de incubação aeróbia. * significativo 5%. (A) com esterco poedeira (B) excluído o resíduo esterco poedeira.

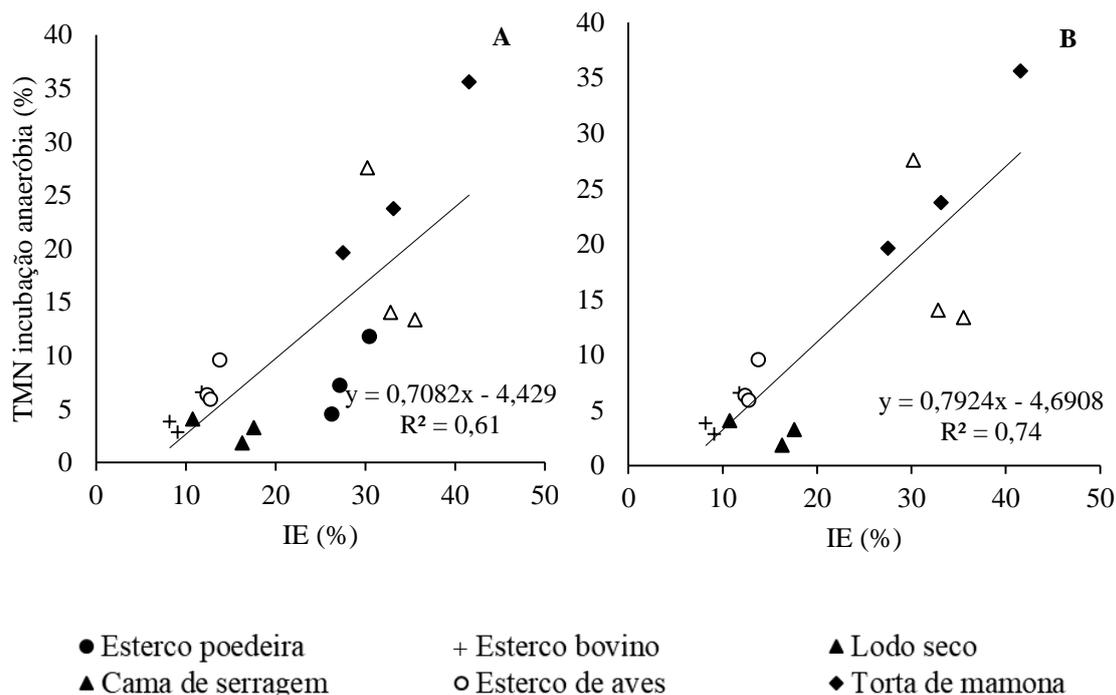


Figura 6. Correlações entre o índice de eficiência do resíduo orgânico como fonte de N para capim-braquiária obtidas após 123 dias de experimento e a taxa de mineralização do nitrogênio em sete dias de incubação anaeróbia. * significativo 5%. (a) com esterco poedeira (b) excluído o resíduo esterco poedeira.

Os teores de N extraído pelos métodos químicos (ISNT e KMnO_4) não se correlacionaram com o índice de eficiência obtidos no experimento em vaso em nenhum dos cortes realizados (Tabela 16). Apesar desses métodos apresentarem correlação com N mineralizado em incubações de laboratório, esses não foram eficientes em determinar o N fitodisponível. Considera-se que o KMnO_4 seja menos sensível para determinar o N potencialmente mineralizável, pois as quantidades de N mineralizadas em um ano agrícola dificilmente ultrapassam 2 a 3% do N total dos solos (CANTARELLA et al. 2008). Além disso, este método pode causar a oxidação de compostos que não são prontamente disponíveis para as plantas (TIROL-PADRE & LADHA, 2004).

De maneira geral é possível afirmar que o método alternativo de incubação anaeróbia se mostrou eficiente em estimar o N fitodisponível e por se tratar de um método alternativo, o desenvolvimento de novos estudos envolvendo diferentes características de resíduos orgânicos é fundamental para a validação deste método, que é mais rápido, operacional e de baixo custo em relação aos métodos clássicos de incubação aeróbia e ensaio em casa de vegetação.

4. CONSIDERAÇÕES GERAIS

O método de incubação aeróbia com lixiviação foi proposto inicialmente por Stanford e Smith (1972) para análise do N potencialmente mineralizável (N_0) e a constante de mineralização (k) de solos, por meio do modelo de cinética de primeira ordem. No entanto, esse método tem sido pouco empregado devido a suas limitações e desvantagens, tais como:

Efeito salino – causado pela solução salina utilizada nas lixiviações do nitrogênio inorgânico nas amostras avaliadas.

Quantificação analítica – As baixas quantidades de nitrato e amônio presente no lixiviado podem não ser quantificadas pelo equipamento.

Montagem das colunas – compactação do solo, condições de incubação (temperatura e umidade) e fluxo preferencial na lixiviação.

Solução salina - A concentração da solução de lixiviação utilizada para remoção do N no lixiviado pode não ser eficiente para extrair todo o N mineral da amostra a ser analisada, em razão da sua concentração. Como os solos tropicais apresentam grandes quantidades de cargas positivas, baixos teores de matéria orgânica e estágio avançado de intemperismo, as partículas dos solos tendem a dificultar a passagem do N na forma iônica (NO_3^-) na solução do solo, o que não ocorre nos solos de regiões temperadas, onde o método foi validado.

Os métodos químicos foram criados para solo, os quais foram adaptados para analisar o N fitodisponível em resíduos orgânicos. No método oficial Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT), o volume de 5 ml da solução de H_3BO_3 4% utilizado para recuperar o N extraído do resíduo pela solução de NaOH pode não ter sido suficiente em determinar o N fitodisponível dos resíduos orgânicos, uma vez que os materiais orgânicos apresentam quantidades variadas de N Kjeldahl. No entanto, torna-se necessário novos estudos para verificar outras concentrações da solução indicadora e/ou quantidade de amostra utilizada no método.

A inclusão do N extraído inicialmente ou do N inorgânico (obtido na caracterização dos resíduos) no cálculo da taxa de mineralização do nitrogênio pelo método de incubação aeróbia, representa melhor a disponibilidade de N dos resíduos para as plantas com valores de r maiores (Tabela 21), uma vez que essas sejam formas disponíveis para o capim-braquiária.

O método de incubação anaeróbia de curta duração foi o que mais se aproximou da quantidade de N fitodisponível, porém deve ter certa cautela para a recomendação deste método. De forma geral, o método mostrou-se melhor para resíduos orgânicos com alta concentração de N, baixa relação C/N e com material de fácil degradação pelos microrganismos.

5. CONCLUSÕES

- O comportamento da mineralização do N na incubação aeróbia foi semelhante aos encontrados na incubação anaeróbia, o que permitiu separar grupos de resíduos com comportamentos similares.
- O N recuperado pela incubação anaeróbia representa 47% da incubação aeróbia. Para ambos os métodos, a maior TMN foi encontrado para torta de mamona e lodo seco e o menor valor de TMN foi encontrado para torta de filtro.
- O método biológico de incubação anaeróbia de curta duração foi o que mais se aproximou da quantidade de N fitodisponível em experimento em casa de vegetação e, por isso, pode ser considerado capaz em estimar a fitodisponibilidade de N em resíduos orgânicos.
- Os métodos químicos N-Illinois e KMnO_4 correlacionaram-se com a quantidade de N mineralizada nos métodos biológicos (aeróbio e anaeróbio) e não com o N fitodisponível, indicando que estes métodos pegam frações específicas dos compostos orgânicos que fazem parte do N mineralizável biologicamente, mas em geral é pouco significativo frente ao fitodisponível.
- Nenhum dos métodos químicos utilizados foi promissor para estimar o do N fitodisponível em resíduos orgânicos, nas condições em que o experimento foi realizado.

6. REFERÊNCIAS

ABREU, C.A.; ABREU, M.F.; RAIJ, B. van; BATAGLIA, O.C. & ANDRADE, J.C. Extraction of boron from soil by microwave heating for ICP-AES determination. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, 25:3311-3333, 1994.

ABREU, C.A.; ABREU, M.F.; ANDRADE, J.C. Determinação de cobre, ferro, manganês, zinco, cádmio, cromo, níquel e chumbo em solos usando a solução de DTPA em pH 7,3. In: RAIJ, B. van; Andrade, J.C.; Cantarella, H.; Quaggio, J.A. (Eds.). **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agrônômico, 2001. p.240-250.

ABREU JUNIOR, C. H.; MURAOKA, T.; OLIVEIRA, F. C.; Carbono, nitrogênio, fósforo e enxofre em solos tratados com composto de lixo urbano. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 26, p. 769-780, 2012.

ABREU JUNIOR, C.H.; BOARETTO, A.E.; MURAOKA, T.; KIEHL, J.C. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. **Tópicos Ciência do Solo**, v.4, p391-470, 2005.

AGEHARA, S.; WARNCKE, D. D. Soil moisture and temperature effects on nitrogen release from organic nitrogen sources. **Soil Science Society of America Journal, Madison**, v. 69, p. 1844-1855, 2005.

AITA C.; GIACOMINI SJ. Plantas de cobertura de solo em sistemas agrícolas. In: ALVES BJR, URQUIAGA S, AITA C, BODDEY RM, JANTALIA CP, CAMARGO FAO, editores. **Manejo de sistemas agrícolas: impacto no sequestro de C e nas emissões de gases de efeito estufa**. Porto Alegre: Genesis, p.59-79, 2006.

AMLINGER, F.; GOTZ, B.; DREHER, P.; GESZTI, J.; WEISSTEINER, C. Nitrogen in biowaste and yard waste compost: dynamics of mobilization and availability: A review. **Eur. J. Soil Biol**, v.39, p.107-116, 2003.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION [APHA]. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edn. Washington, DC: American Public Health Association, 2005.

ANDA. Associação Nacional para Difusão de Adubos. Arquivo de planilha estatísticas de 2017. Disponível em: http://www.anda.org.br/estatistica/Principais_Indicadores_2017.pdf. Acesso em: 03 set. 2017.

ANDERSEN, M. K. Short term N mineralization-immobilization turnover in soil after incorporation of green manures as a function of plant litter quality and soil temperature – A comparison of analytical models with the numerical model FLUAZ. 1999. 73p Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – University of Aarhus.

BATAGLIA, O.C.; BERTON, R.S.; CAMARGO, O.A.; VALADARES, J.M.A.S: Resíduos orgânicos como fontes de nitrogênio para capim-braquiária. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.7, p. 277-284, 1983.

BENJAMIN, Y.; CHENG, H.; GÖRGENS, J. F. Evaluation of bagasse from different varieties of sugarcane by dilute acid pretreatment and enzymatic hydrolysis. **Industrial crops and products**, v.51, 7-18, 2013.

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

BOECHAT, C. L.; RIBEIRO, M. O.; RIBEIRO, L. O. SANTOS, J. A. G.; ACCIOLY, A. M. A. Lodos de esgoto doméstico e industrial no crescimento inicial e qualidade de mudas de pinhão-manso. **Bioscience journal**, Uberlândia, v. 30, n. 3, p. 782-791, 2014.

BOEIRA, R.C.; LIGO, M.A.V.; DYNIA, J.F. Mineralização de nitrogênio em solo tropical tratado com lodos de esgoto. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v.37, p.1639-1647, 2002.

BOEIRA, R.C. Aspectos experimentais na avaliação da mineralização de nitrogênio de lodos de esgoto incubados com solos. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2005. 5p. (Embrapa Meio Ambiente. Comunicado Técnico, 27).

BOEIRA, R.C.; MAXIMILIANO, V.C.B. Determinação da fração de mineralização de nitrogênio de lodos de esgoto: um método alternativo. Jaguariúna, Embrapa Meio Ambiente, 2004. 3p. (Comunicado técnico, 13).

BOEIRA, R.C; LIGO, M.A.V; MAXIMILIANO, V.C.B; PIRES, A.M. Determinação da Fração de Mineralização de Compostos Nitrogenados de Lodos de Esgoto Aplicados em Solo Agrícola. Circular técnico, v. 1516, 2009.

BRAOS, B.B.; FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P da.; BRAOS, L.B.; BRACOSA, J.C. Mild and Moderate extraction methods to assess potentially available soil organic nitrogen. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.40, p.1-13, 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Aprovar as normas sobre as especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos, organominerais e biofertilizantes destinados à agricultura. Instrução Normativa n.25, de 23 de julho de 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Aprova os métodos analíticos oficiais para análise de substratos e condicionadores de solos, na forma do Anexo à presente Instrução Normativa. Instrução Normativa n.17, de 21 de maio de 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Dispõe sobre as concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas em fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes. Instrução Normativa n.7, de 02 de maio de 2016.

BREMNER, J. M. Nitrogen total: In: SPARKS, D. L.; PAGE, A. L.; HELMKE, P. A.; LOEPPERT, R. H.; SOLTANPOUR, P. N.; TABATAI, M. A.; JOHNSTON, C. T.; SUMNER, M. E., eds. *Methods of analysis. Part 3. Chemical methods*. Madison, WI, Soil Science Society of America, 1996. p. 1085-1121. (Book series, 5.).

BREMNER, J.M. Sources of nitrous oxide in soils. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, Heidelberg, v.49, p.7-16, 1997.

BREMNER, J.M.; KEENEY, D.R. Exchangeable ammonium, nitrate and nitrite by steam distillation methods. In: BLACK, C.A. (Ed.). *Methods of soil analysis: chemical and microbiological properties*. Madison: American Society of Agronomy; **Soil Science Society of America**, p. 1191-1206, 1965.

CAMARGO, O.A.; MONIZ, A.C.; JORGE, J.A. & VALADARES, J.M.A.S. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas, Instituto Agronômico de Campinas, 1986. (Boletim Técnico, 106)

CANTARELLA, H.; TRIVELIN, P.C.O. Determinação de nitrogênio inorgânico em solo pelo método da destilação a vapor. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A., eds. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas, Instituto Agronômico de Campinas, p.270- 276, 2001.

CANTARELLA, H. Nitrogênio. In: NOVAIS, R. F.; ALVAREZ, V. H. V.; BARROS, N. F.; FONTES, R. L. F.; CENTARUTTI, R. B.; NEVES, J. C. L, eds. **Fertilidade do solo**. Viçosa, Minas Gerais, p.375-470, 2007.

CANTARELLA, H., ANDRADE, C. A., JUNIOR, D. M. 2. Matéria orgânica do solo e disponibilidade de nitrogênio para as plantas. In: SANTOS, G.A. de., SILVA, L.S. da., CANTANELLAS, L.P.; CAMARGO, F.A.O. (Eds) **Fundamentos da Matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais**. Rev. e atual. Porto Alegre: Metrópole, p. 582, 2008.

CARNEIRO, W.J.O.; SILVA, C.A.; MUNIZ, J.A.; SAVIAN, T.V. Mineralização de nitrogênio em latossolos adubados com resíduos orgânicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo, Brasil**, v. 37, p. 716-725, 2013.

CARVALHO, A.M.; COELHO, C.M.; DANTAS, R.A.; FONSECA, O.P.; CARNEIRO, R.G.; FIGUEIREDO, C.C. Chemical composition of cover plants and its effect on maize yield tillage systems in the Brazilian savanna. **Crop e Pasture Science**, v.63, p.1075-1081, 2012.

CETESB. Aplicação de lodos de sistemas de tratamento biológico em áreas agrícolas: Critérios para projeto e operação. São Paulo, 1999. 32p. (Manual Técnico, 230)

CETESB. Valores orientadores para solo e água subterrânea no estado de São Paulo. São Paulo, 2016. 3p. (Tabela técnica).

CHANTIGNY, M.H.; CURTIN, D.; BERARE, M.H.; GREENFIELD, L.G. Influence of temperature on water-extractable organic matter and ammonium production in mineral soils. **Soil Science Society of American Journal**, v.74, p.517-524, 2010.

CONAMA. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Definir critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dar outras providências. Resolução nº 375, de 29 de agosto de 2006.

CONAMA. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Dispõe sobre critérios e valores orientadores de qualidade do solo quanto à presença de substâncias químicas e estabelece diretrizes para o gerenciamento ambiental de áreas contaminadas por essas substâncias em decorrência de atividades antrópicas. Resolução n.º 420, de 28 de dezembro de 2009.

CORDOVIL, C. M. D. S.; COUTINHO, J.; GOSS, M. J.; CABRAL, F. Comparison of chemical methods of assessing potentially available organic nitrogen from organic residues applied to a sandy soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philadelphia, v. 38, n. 7, p. 989-1006, 2007.

CURTIN, D.; WEN, G. Organic matter fractions contributing to soil nitrogen mineralization potential. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 63, n. 2, p.410-415, 1999.

CURTIN, D.; WRIGHT, C.E.; BEARE, M.H.; McCALLUM, F.M. Hot water-extractable nitrogen as an indicator of soil nitrogen availability. **Soil Science Society of American Journal**, v.70, p.1512-1521, 2006.

COSCIONE, A.R.; ANDRADE, C.A. Protocolos para a avaliação 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 Agrônomo, 2006. p.159-177.

DIEST, V. A. Volatilización del amoníaco en los suelos anegados, y sus repercusiones en el rendimiento de arroz. *Noticiários de la Comisión Internacional del arroz*, FAO, v.37, p.1-6, 1988.

DRESCHER, G.L.; SILVA, L.S.; AITA, N.T.; MARQUES, L.G.; MORAIS, A.F.; BUSANELLO, R.L.; DRESCHER, M.S. Disponibilidade de nitrogênio para o arroz irrigado por inundação, pelo método de destilação a vapor direta. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.51, p.243-252, 2016.

ELKARIM, A.K.H.A.; USTA, S. Evaluation of some chemical extraction methods used as indices of soil nitrogen availability in Polatli State Farm Soils in Ankara Province. Turkey. **Journal of Agriculture and Forestry**, v.25, p. 337-345, 2001.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 2.ed. Rio de Janeiro. p.412, 2006.

EPA. Test methods for evaluating solid waste, Physical/Chemical Methods. 3th ed. U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response. U.S. Government Printing Office: Washington, DC, 1995, SW-846.

ERNANI, P.R. **Química do solo e disponibilidade de nutrientes**. Lages, 230p, 2008.

FERNANDEZ, M.A.; SAENZ, M.T.; GARCIA, M.D. Antiinflammatory activity in rats and mice of phenolic acids isolated from *Scrophularia frutescens*. **Journal of Pharmacy and Pharmacology**, v.50, n.10, p.1183-1186, 1998.

FERREIRA, D.F. SISVAR: um programa para análises e ensino de estatística. **Revista Symposium** (Lavras), v. 6, p. 36-41, 2008.

FIRESTONE, M. K.; DAVIDSON, E. A.; Microbiological basis of NO and N₂O production and consumption in soil. in ANDREAE, M. O.; SCHIMMEL, D. S. (Eds). **Exchange of Trace Gases between Terrestrial Ecosystems and the Atmosphere**. New York: John Wiley & Sons. P 7-21, 1989.

FOX, R.H. & PIEKIELEK, W.P. Field testing of several nitrogen availability indexes. **Soil. Soil Science Society of America Journal.**, Madison, 42:747-50, 1978.

GARCEZ, T.B. Aspecto metabólico, nutricionais e produtivos de cultivares de *Brachiaria* e *Penicum* visando eficiência no uso do nitrogênio. 2013. 103p. Tese (Doutorado em solos e nutrição de plantas) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”.

GARRIDO, M. S.; MENEZES, R. S. C.; SAMPAIO, E. V. S. B.; MARQUES, T. R. R. Crescimento e absorção de nutrientes pelo algodoeiro e pela mamoneira adubados com gliricídia e esterco. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.13, p.531-536, 2009.

GIANELLO, C.; BREMNER, J.M. A simple chemical method of assessing potentially available organic nitrogen in soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 17, p.195-214, 1986.

GIANELLO, C.; CAMARGO, F.A.O.; REICHMANN, E.; TEDESCO, M.J. Avaliação da disponibilidade do nitrogênio do solo estimada por métodos químicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.24, p.93-101, 2000.

GUARESCHI, R. F.; PEREIRA, M. G.; PERIN, A. Deposição de resíduos vegetais, matéria orgânica leve, estoques de carbono e nitrogênio e fósforo remanescente sob diferentes sistemas de manejo no cerrado goiano. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.36, n.3, p.1-10, 2012.

HOLLMAN, P.C.; HERTOOG, M.G.; KATAN, M.B. Role of dietary flavonoids in protection against cancer and coronary heart disease. **Biochemical Society Transactions**, v.24, p.785-789, 1996.

HONG, S.D.; FOX, R.H.; PIEKIELEK, W.P. Field evaluation of several chemical indexes of soil nitrogen availability. **Plant and Soil**, v.123, p. 83-88, 1990.

HOULTON, B.Z.; MORFORD, S.L. A new synthesis for terrestrial nitrogen inputs. **Soil**, v.1, p.381–397, 2015.

HUTCHISON, C. M. W.; WALWORTH, J. L. Evaluating the effects of gross nitrogen mineralization, immobilization, and nitrification on nitrogen fertilizer availability in soil experimentally contaminated with diesel. **Biodegradation**, v. 18, p. 133-144, 2007.

IPCC. Climate Change 2007: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fourth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA. 2007.

JARVIS, S.C.; WILKINS, R.J.; PAIN, B.F. Opportunites for reducing the enviornmental impact of dairy farming managements: a system approach. **Grass and Forage Science**, Oxford, v. 51, p. 21-31, 1996.

JORGE, R. A. B.; ABREU, C. A.; ANDRADE, C. A.; CAMARGO, O. A. Torta de filtro e turfa na mitigação de solo contaminado com resíduo de sucata rico em boro. **Bragantia**, Campinas, v. 69, n. 2, p.467-476, 2010.

KEENEY, D.R. Nitrogen availability indices. In: PAGE, A.L. (Ed.). *Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties*. 2nd ed. Madison: American Society of Agronomy: **Soil Science Society of America**, p.711-733, 1982.

KEENEY, D.R.; BREMNER, J.M. Comparison and evaluation of laboratory methods of obtaining an index of soil nitrogen availability. **Agronomy Journal**, v.58, p.498-503, 1966.

KIHEL, E. J. **Fertilizantes orgânicos**. Piracicaba: Agronômica Ceres, p.492, 1985.

KNICKER, H. Soil organic N — an under-rated player for C sequestration in soils?. **Soil Biology Biochemistry**, v.43, p.1118–1129, 2011.

KOWALENKO, C.G. Evaluation of hot KCl extraction as an index of mineralizable N: Ammonium and ultraviolet absorption measurements. **Can. Soil Science Society of Journal**, v.86, p. 911-920, 2006.

KHAN, S.A.; MULVANEY, R.L. & HOEFT, R.G. A simple soil test for detecting sites that is nonresponsive to nitrogen fertilization. **Soil Science Society of America Journal**, v.65, p.1751-1760, 2001

LEAL, M. A. A.; GUERRA, J. G. M.; ESPINDOLA, J. A. A.; ARAÚJO, E. S. Compostagem de misturas de capim-elefante e torta de mamona com diferentes relações C:N. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.17, n.11, p.1195-1200, 2013.

MACLEAN, A. A. Measurement of nitrogen supplying power of soils by extraction with sodium bicarbonate. **Nature**, v.203, p.1307-1309, 1964,

MALUF, H. J. G. M.; SOARES, E. M. B.; SILVA, I. R. da; NEVES, J. C. L.; SILVA, L. de O. G. S. Decomposição de resíduos de culturas e mineralização de nutrientes em solo com diferentes texturas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.39, p.1681-1689, 2015.

MANLAY, R. J.; FELLER, C.; SWIFT, M. J. Historical evolution of soil organic matter concepts and their relationships with the fertility and sustainability of cropping systems. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, v.119, p.217-233, 2007.

MARIANO, E.; TRIVELIN, P. C. O.; LEITE, J. M.; MEGDA, M. X. V.; OTTO, R.; FRANCO, H. C. K. Incubation methods for assessing mineralizable nitrogen in soils 61 under sugarcane. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 37, p.450-461, 2013.

MARIANO, E.; OTTO, R.; MONTEZANO, Z.F.; CANTARELLA, H.; TRIVELIN, P.C. Soil nitrogen availability indices as predictors of sugarcane nitrogen requirements. *European Journal of Agronomy*, v.89, p.25-37, 2017.

MAIA, C.E.; CANTARUTTI, R.B. Disponibilidade de nitrogênio pela oxidação do carbono lábil com permanganato de potássio. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.7, n.3, p-248-293, 2003.

McDONALD, N.T.; WATSON, C.J.; LALOR, S.T.J.; LAUGHLIN, R.J.; WALL, D.P. Evaluation of soil tests for predicting nitrogen mineralization in temperate grassland soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.78, p. 1051-1064, 2014.

MELO, L.C.A.; SILVA, C.A.; DIAS, B.O. Caracterização da matriz orgânica de resíduos de origens diversificadas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Brasil, v.32, p.101-110, 2008.

MELO, C. A. Desenvolvimento de sistema polimérico a base de turfas e substâncias húmicas para liberação lenta de nutrientes para plantas. 2014. 116p. Tese (Doutorado Química) – Instituto de Química (Unesp), Araraquara.

MICHRINA, B.P.; FOX, R.H.; PIEKIELEK, W.P. Chemical characterization of two extracts used in the determination of available soil nitrogen. **Plant Soil**, Hague, v.64, p.331-341, 1982.

MIKHA, M.M.; RICE, C.W.; BENJAMIN, J.G. Estimating soil mineralizable nitrogen under different management practices. **Soil Science Society America Journal**, Madison, v.70, p.1522-1531, 2006.

MITCHELL, C. C.; TU, S. Long-term evaluation of poultry litter as a source of nitrogen for cotton and corn. **Agronomy Journal**, v.97, p.399-407, 2005.

MORAL, R.; MORENO-CASELLES, J.; PERREZ-MURCIA, M.D.; PEREZ-ESPINOSA, A.; RUFETE, B.; PAREDES, C. Characterization of the organic matter pool in manures. **Bioresouce. Technology**, v.96, p.153-158, 2005.

MOREIRA, F.M.S.; SIQUEIRA, J.O. **Microbiologia e bioquímica do solo**. Lavras: Editora UFLA, 626p, 2006.

Mulvaney, R. L. (1996), Nitrogen – Inorganic forms. In: Method of soil analysis: chemical methods. Part 3. D. L. Sparks. Soil Science Society of America, Madison, 1996, p. 1123-1184.

MULVANEY, R.L.; KHAN, S.A.; HOEFT, R.G.; BROWN, H.M. A soil organic nitrogen fraction that reduces the need for nitrogen fertilization. **Soil Science Society of America Journal**, v.65, p.1164-1172, 2001.

NANNIPIERI, P.; PAUL, E. The chemical and functional characterization of soil N and its biotic components. **Soil Biology Biochemistry**, v.41, p.2357–2369, 2009.

NELSON, D. W.; SUMMERS, L. E. Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. Soil Science Society of America Book Series n. 5, 1996, p. 961-1010.

NYIRANEZA, J.; ZIADI, N.; ZEBARTH, B.J.; SHARIFI, M.; BURTON, D.L.; DRURY, C.F.; BITTMAN, S.; GRANT, C.A. Prediction of soil Nitrogen supply in corn production using soil chemical and biologic índices. **Soil Science Society of America Journal**, Madison. V.76, p.925-935, 2012.

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

OTTO, R.; MULVANEY, R.L.; KHAN, S.A.; TRIVELIN, P.C.O. Quantifying soil nitrogen mineralization to improve fertilizer nitrogen management of sugarcane. *Biology and Fertility of Soils*, Berlin, v. 49, p. 893-904, 2013.

PALM, C.A.; SANCHEZ, P.A. Nitrogen release from the leaves of some tropical legumes as affected by their lignin and polyphenolic contents. **Soil Biology and Biochemistry**, v.23, p.83-88, 1991.

PAULA, J.R.D. Mineralização de resíduos orgânicos no solo em condição de campo. 2012. 111p. Tese (Doutorado em Ciência do solo) – Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais.

PAULA, J. R.; MATOS, A. T.; PEREIRA, M. S.; ANDRADE, C. A. Mineralização do carbono e nitrogênio de resíduos aplicados o solo em campo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 37, p. 1729-1741, 2013.

PICONE, L.I.; CABRERA, M.L.; FRANZLUEBBERS, A rapid method to estimate potentially mineralizable nitrogen in soil. **Soil Science Society of America Journal**, v.66, p.1843-1847, 2002.

PINTADO, E.M.; TEIXEIRA, J.A. Valorização de subprodutos de a indústria alimentar: obtenção de ingredientes de valor acrescentado. *Boletim de Biotecnologia*, 2015. Disponível em:https://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/35328/1/document_21039_1.pdf. Acesso em: 25 jun. 2016.

PIRES, A.M.M.; ANDRADE, C.A.; SOUZA, N.A.P.; CARMO, J.B.; COSCIONE, A.R.; CARVALHO, C.S. Disponibilidade de lodo de esgoto no solo, estimado por meio de incubação anaeróbia. *Pesquisa agropecuária Brasileira*, Brasília, v.50, n.4, p.333-342, 2015.

PÖTTKER, D.; TEDESCO, M.J. Efeito do tipo e tempo de incubação sobre a mineralização da matéria orgânica e nitrogênio total em solos do Rio Grande do Sul. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.3, p.20-24, 1979.

PREETHU, D. C. et al. Bio-chemical changes during composting of coffee wastes with different substrates. **Environment and Ecology**. Vol. 27 No. 1A pp. 403-406. 2009.

PRIMAVESI, O.; PRIMAVESI, A.C.; CORRÊA, L.A.; SILVA, A. G.; CANTARELLA, H. Lixiviação de nitrato em pastagem de coastcross adubada com nitrogênio. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa-MG, v.35, n.3, p.683-690, 2006.

QUAGGIO, J. A.; RAIJ, B. VAN. Determinação da matéria orgânica. In: RAIJ, B. VAN.; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A., eds. **Análise química para**

avaliação da fertilidade de solos tropicais. Campinas, Instituto Agronômico de Campinas, p.173-180, 2001

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

RHEINHEIMER, D. S.; ANGHINONI, I.; KAMINSKI, J. Depleção do fósforo inorgânico de diferentes frações provocada pela extração sucessiva com resina em diferentes solos e manejos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 24, n. 2, p. 345-354, 2000.

RHODEN, A.C.; SILVA, L.S. da; CAMARGO, F.A. de O.; BRITZKE, D.; BENEDETTI, E.L. Mineralização anaeróbia do nitrogênio em solos de várzea do Rio Grande do Sul. **Ciência Rural**, v.36, p.1780-1787, 2006.

RILLIG, M.C., CALDWELL, B.A., WÖSTEN, H.A.B., SOLLINS, P. Role of proteins in soil carbon and nitrogen storage: controls on persistence. **Biogeochemistry**, v.85, p.25-44, 2007.

ROCHA, I. T. M.; SILVA, A. V.; SOUZA, R. F.; FERREIRA, J. T. P. Uso de resíduos como fonte de nutrientes na agricultura. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 8, p. 47-52, 2013.

ROS, G.H., HOFFLAND, E., VAN KESSEL, C., TEMMINGHOFF, E.J.M. Extractable and dissolved soil organic nitrogen — a quantitative assessment. **Soil Biology Biochemistry**. v.41, p.1029-1039, 2009.

ROS, G.H.; HANEGRAAF, M.C.; HOFFLAND, E, VAN RIEMSDIJK, W.H. Predicting soil N mineralization: Relevance of organic matter fractions and soil properties. **Soil Biology Biochemistry**. v.43, p.1714-1722, 2011.

SANCHEZ, C. Lignocellulosic residues: biodegradation and bioconversion by fungi. **Biotechnology Advances**, v.27, p.185-194, 2009.

SANTOS, D. H.; SILVA, M. A.; TIRITAN, C. S.; FOLONI, J. S. S.; ESCHER, F. R. Qualidade tecnológica da cana-de-açúcar sob adubação com torta de filtro enriquecida com fosfato solúvel. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 15, n. 5, p. 443-449, 2011.

SARAHWAT, K.L. Factor affecting nitrification in soil. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.39, p.1436-1446, 2008.

SCALBERT, A. Antimicrobial properties of tannins. *Phytochemistry* [online], v.30, p.3875 - 3883, 1991.

SCARSBROOK, C.E. Nitrogen availability. In: BARTHOLOMEW, W.V.; CLARK, F.E. (Ed. 1) **Soil Nitrogen**. Madison: ASA, Inc., Publ. Serie 10, cap. 13, p.481-502. 1965.

SCHOMBERG, H.H.; WIETHOLTER, S.; GRIFFIN, T.S.; REEVES, D.W.; CABRERA, M.L.; FISHER, D.S.; ENDALE, D.M.; NOVAK, J.M.; BALKCOM, K.S.; RAPER, R.L.; 47 KITCHEN, N.R.; LOCKE, M.A.; POTTER, K.N.; SCHWARTZ, R.C.;

TRUMAN, C.C.; TYLER, D.D. Assessing indices for predicting potential nitrogen mineralization in soils under different management systems. **Soil Science Society of America.**, 73:1575-1586, 2009.

SCHULTEN, H.R., SCHNITZER, M. The chemistry of soil organic nitrogen: a review. **Biology and Fertility of Soils**, v.26, p.1–15, 1998.

SEVERINO, L.S.; Lima, R. de L.S.; Albuquerque, R.C.; Beltrão, N.E. de M.; Silva, M. I.de L. Casca e torta de mamona avaliadas em vasos como fertilizantes orgânicos. *Boletim de pesquisa e desenvolvimento*, v. 83, 15p, 2007.

SHANG, C.; TIESSEN, H. Organic matter lability in a tropical oxisol: evidence from shifting cultivation, chemical oxidation, particle size, density, and magnetic fractionations. **Soil Science**, Baltimore, v.162, p.795-807, 1997.

SHARIFI, M.; ZEBARTH, B.J.; BURTON, D.L.; GRANT, C.A.; COOPER, J.M. Evaluation of some indices of potentially mineralizable nitrogen in soil. **Soil Science Society of America.**, v.71, p.1233-1239, 2007.

SHARMA, V.K.; CANDITELLI, M.; FORTUNA, F. & CORNACCHIA, G. Processing of urban and agro-industrial residues by aerobic composting: Review. *Energy Conser. Manag.*, 38:453-478, 1997.

SILVA, C.C. da; SILVEIRA, P.M. Influência de sistemas agrícolas na resposta do feijoeiro (*Phaseolus vulgaris* L.) irrigado à adubação nitrogenada em cobertura. **Pesquisa Agropecuária Tropical**. 2000.

SILVA, F.C. da (Ed.). **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. Ed. Brasília: Embrapa Informações Tecnológica; Rio de Janeiro: Embrapa Solos, p.627, 2009.

SILVA, J. C. P. M.; MOTTA, A. C. V.; PAULETTI, V.; FAVARETTO, N.; BACERLLOS, M.; OLIVEIRA, A. S.; VELOSO, C. M.; SILVA, L. F. C. Esterco líquido de bovinos leiteiros combinados com adubação mineral sobre atributos químicos de um Latossolo Bruno. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 23, p. 2563-2572, 2008.

SILVA, J. E.; D. V. S. RESCK. **Matéria orgânica do solo**. p. 465-516. In M. A. T. Vargas.; M. Hungria. *Biologia dos solos do cerrado*. Embrapa-CPAC, Planaltina. 524p, 1997.

SISTANI, K. R.; ADELI, A.; MC GOWEN, S. L.; TEWOLDE, H.; BRINK, G. E. A. Laboratory and field evaluation of broiler litter nitrogen mineralization. **Bioresource Technology**, v.99, p.2603-2611, 2008.

SMITH, V. H.; SCHINDLER, D. W. Eutrophication science: where do we go from here? **Trends in Ecology and Evolution**. V.24, p.201-207, 2009.

SOUZA, S. R.; FERNANDES, M. S. Nitrogen. In: FERNANDES, M. S. (Ed.). *Nutrição mineral de plantas*. Viçosa: **Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, 2006. v.1, p. 215-252, 2006.

- ST. LUCE, M., WHALEN, J.K., ZIADI, N., ZEBARTH, B.J., Chantigny, M.H. Labile organic nitrogen transformations in clay and sandy-loam soils amended with 15N-labelled faba bean and wheat residues. **Soil Biology & Biochemistry**. v.68, p.208–218, 2014.
- ST. LUCE, M.S; WHALEN, J.K; ZIADI, N; ZEBARTH, B.J. Nitrogen dynamics and indices to predict soil nitrogen supply in humid temperate soils. **Advances in Agronomy**, v.112, p.55-102, 2011.
- STANFORD G. **Assessment of soil nitrogen availability**. In: Stevenson FJ, editor. Nitrogen in agricultural soils. Madison: ASA, CSSA, SSSA, p.651-688, 1982.
- STANFORD, G.; SMITH, S.J. Nitrogen mineralization potentials of soils. **Soil Science Society of America**. v. 36, p. 465-472, 1972.
- STATSOFT, Inc. STATISTICA (data analysis software system), version 10. www.statsoft.com, 2011.
- STEVENSON, F.J. **Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions**. John Wiley & Sons, New York, 1994.
- SYLVIA, D.M.; FUHRMANN, J.J.; HARTEL, P.G.; ZUBERER, D.A., 2005. **Principles and Applications of Soil Microbiology**. second ed. Pearson Prentice Hall, Upper Saddle River, New Jersey
- TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 4.ed. Porto Alegre: Artmed, 848 p. 2009.
- TASCA, F. A.; ERNANI, P. R.; ROGERI, D. A.; GATIBONI, L. C.; CASSOL, P. C. Volatilização de amônia do solo após a aplicação de ureia convencional ou com inibidor de urease. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, n. 2, p. 493-502, 2011.
- TEDESCO, M.J. et al. **Análises de solo, plantas e outros materiais**. 2.ed. Porto Alegre: Departamento de Solos Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p. (Boletim técnico, 5).
- THAMDRUP, B. New pathways and processes in the global nitrogen cycle. **Annu. Rev. Ecology and Evolution**. S. v.43, p.407–428, 2012.
- TIROL-PADRE, A.; LADHA, K.J. Assessing the reliability of permanganate-oxidizable carbon as an index of soil labile carbon. **Soil Science Society of America**., v.68, p.969-978, 2004.
- TOGORO, A. H. Previsão da mineralização de nitrogênio por métodos de incubação de solo o laboratório e no campo. 2016. 69p. Tese (Doutorado em Agronomia) – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Jaboticabal.
- TRINSOUTROT, I., RECOUS, S., BENTZ, B., LINÈRES, M., CHÈNEBY, D., NICOLARDOT, B. Biochemical quality of crop residues and carbon and nitrogen mineralization kinetics under nonlimiting nitrogen conditions. **Soil Science Society of America Journal**, v. 64, p. 918- 926, 2000.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. 40 CFR – title 40 – protection and environment: part 503 – standards for the use or disposal of sewage sludge. Washington: U.S. EPA, 1993.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. United States, p.30, 2007 (METHOD 3051A).

VAHL, L.C. Fertilidade de solos de várzea. In: GOMES, A.S.; PAULETTO, E. (Eds). **Manejo do solo e da água em áreas de várzea**. Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 1999. p.119-162.

VIEIRA, F.C.B.; BAYER, C.; ZANATTA, J.A.; DIECKOW, J.; MIELNICZUK, J.; HE, Z.L. Carbon management index based on physical fractionation of soil organic matter in an Acrisol under long-term no-till cropping systems. **Soil and Tillage Research**, v.96, p.195-204, 2007.

VIEIRA, R.F. **Ciclo do nitrogênio em sistemas agrícolas**. 21.ed. Brasília, DF: Embrapa, p. 163, 2017.

WARING, S.A; BREMNER, J.M. Ammonium production in soil under waterlogged conditions as an index of nitrogen availability. **Nature** (London), v. 201, p. 951– 952, 1964.

WESTERHOF, R.; VILELA, L.; AYARZA, M.; ZECH, W. Land use effects on labile N extracted with permanganate and the nitrogen management index in the Cerrado region of Brazil. **Biology and Fertility of Soils**, v.27, p.353-357, 1998.

WHALEN, J.; SAMPEDRO, L. **Soil ecology and management**. CABI, Wallingford. p. 320, 2010.

WIENHOLD, B.J. Comparison of laboratory methods and an in situ method for estimating nitrogen mineralization in an irrigated siltloam soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.38, p.1721–1732, 2007.

WICHERN, J.; WICHERN, F.; JOERGENSEN, R.G. Impact of salinity on soil microbial communities and the decomposition of maize in acidic soils. **Geoderma**, v.137, p.100-108, 2006.

WILLIAMS, L. E.; MILLER, A. J. Transporters responsible for the uptake and partitioning of nitrogenous solutes. *Ann. Rev. Plant Physiol.* **Plant Molecular Biology**, v.52, p.659-688, 2001.

YAGI, R. Métodos químicos para a estimativa de nitrogênio disponível no solo. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 2008.

YAGI, R.; FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P.; BARBOSA, J.C. Mineralização potencial e líquida de nitrogênio em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 33, p.385-394, 2009.

YANG, F., LI, G.X., YANG, Q.Y., LUO, W.H. Effect of bulking agents on maturity and gaseous emissions during kitchen waste composting. *Chemosphere* 93, 1393–1399, 2013.

ANEXO(S)

ANEXO I

Os resíduos orgânicos para serem registrados como fertilizantes orgânicos precisam adequar-se as exigências da legislação vigente. A lei nº 6894, de 16 de dezembro de 1980, dispõe a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes, estimulantes ou biofertilizantes, destinados à agricultura. As instruções normativas (IN 25/ 2009) e (IN 7/2016) estabelecem as concentrações mínimas de nutrientes em fertilizantes orgânicos e os limites máximos de contaminantes (Tabela 17 e 18). Entre outros parâmetros exigidos pela legislação que não foram abordados no presente estudo.

Tabela 17. Especificações exigidas pelo MAPA para fertilizantes orgânicos (IN 25/2009)

Orgânico simples	Umidade (máx.) %	C orgânico (min.)* g kg ⁻¹	N total (min.)*
Estercos e camas	40	200	10
Tortas vegetais	40	350	50
Turfa	40	150	5
Referência para outros fertilizantes orgânicos	40	150	5

*valores expressos em base seca, umidade determinada a 65°C

Fonte: Adaptado de BRASIL (2009)

Tabela 18. Limites máximos de contaminantes admitidos em fertilizantes orgânicos pelo MAPA (IN 7/2016).

Contaminante	mg kg ⁻¹
Arsênio	20
Cádmio	3,0
Chumbo	150
Mercúrio	1,0
Níquel	70
Selênio	80

Fonte: Adaptado de BRASIL (2016)

ANEXO II

Tabela 19. Elementos traço nos resíduos e os valores máximos permitidos de contaminantes pela legislação referente a resíduos orgânicos¹ e ao lodo de esgoto².

Resíduos	Pb	Se	As	Cd	Cr	Ba
	-----mg kg ⁻¹ -----					
Esterco de Poedeira	5,3	3,4	4,8	0,8	13,6	42,2
Película de café	<0,3	10,0	5,0	<0,4	2,6	35,7
Esterco de frango	<0,3	6,4	10,0	0,6	11,6	30,9
Torta de filtro	<0,3	6,1	2,8	<0,4	20,7	60,6
Esterco Bovino	<0,3	4,9	1,3	<0,4	3,1	23,0
Pó de café	<0,3	3,7	1,8	<0,4	<0,3	14,0
Torta de mamona	<0,3	5,4	0,0	<0,4	2,7	14,5
Lodo seco	<0,3	4,3	20,0	0,6	15,3	106
Turfa	<0,3	2,7	15,0	<0,4	11,2	33,8
Cama de frango de película de café	<0,3	15	3,6	<0,4	4,4	48,6
Cama de frango de serragem	<0,3	11,5	9,5	<0,4	8,1	40,3
IN 27/2006 ¹	150	80	20	3	200	ni
CONAMA 375/2006 ²	300	100	41	39	1000	1300

*> Menor do que o limite detectável pelo equipamento

ni: Não informado

Tabela 20. Concentração de macro e micronutrientes nos resíduos orgânicos.

Resíduos	P	K	Mg	Ca	S	Na	Al	Mo	Ni	Cu	B	Zn	Mn	Fe
	-----g kg ⁻¹ -----							-----mg kg ⁻¹ -----						
Esterco de Poedeira	31,8	15,1	10,4	157,8	4,5	1,93	8,6	2,8	3,1	86,9	13,7	392,5	367,7	13179
Película de café	1,7	34,4	3,6	11,6	4,4	0,21	0,3	<0,9	<2,4	44,5	30,5	15,6	44,9	392
Esterco de frango	13,4	28,5	21,9	60,4	11	5,4	5,6	1,3	2,5	104,5	29,1	336	469,7	11396
Torta de filtro	1,7	7,4	1,8	4,9	3,6	1,1	8,7	<0,9	<2,4	8,9	10,7	51,4	284,3	4479
Esterco Bovino	2,5	7,7	1,6	5,0	3,2	0,33	2,4	<0,9	<2,4	15,7	<3,2	43,3	169,1	1591
Pó de café	2,4	18,9	1,4	2,2	35,6	0,02	0,1	2,5	<2,4	5,8	9,9	9,4	20,3	111
Torta de mamona	8,0	13,4	3,7	82,5	96,1	0	0,3	<0,9	76,5	25,5	18,9	118	79,9	289
Lodo seco	13,9	3,3	2,2	12,6	160,8	0,52	12,1	1,5	6,0	100	13,6	356	151,3	10646
Turfa	2,9	5,0	1,8	106,8	33,6	0,85	18,8	1,8	<2,4	86,2	7,7	123,2	222	12031
Cama de frango de película de café	7,8	34,7	3,6	22,0	8,5	3,5	24,2	2,7	<2,4	482,2	71,3	313,5	351,2	6527
Cama de frango de serragem	14,8	36,8	5,2	29,8	8,4	8,1	50,6	3,2	4,5	193,9	105,5	531,2	493,6	89020

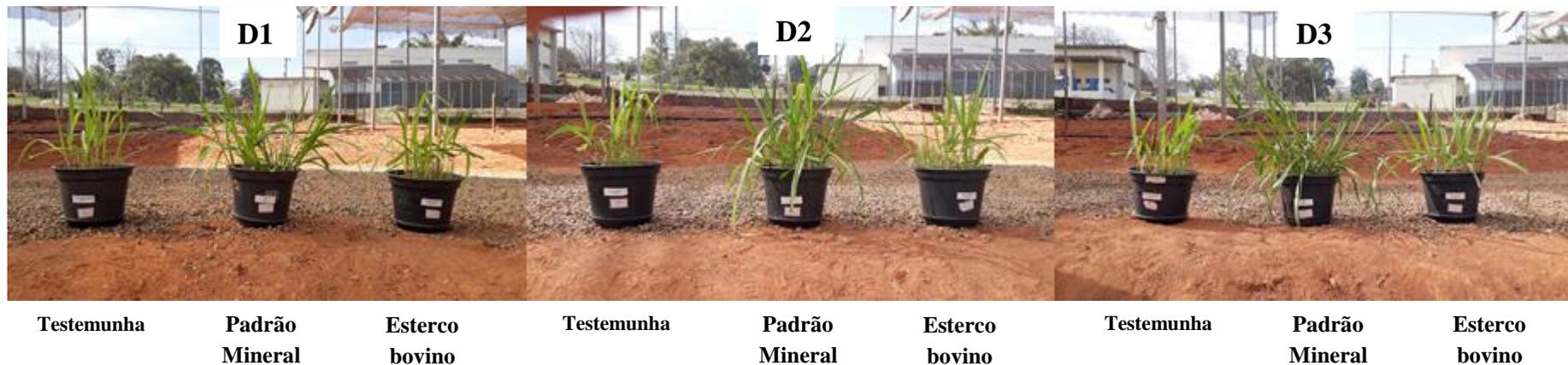
*>menor do que o limite detectável pelo equipamento

Tabela 21. Quantidade de resíduos orgânicos adicionados (g kg^{-1}) em cada parcela experimental do método biológico e químico

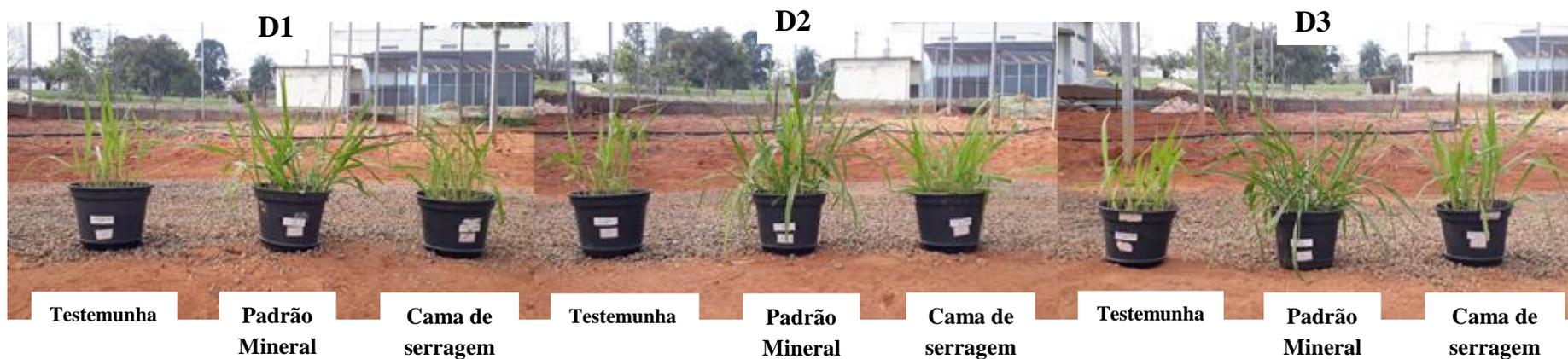
Resíduo	incubação aeróbia		incubação anaeróbia		Água fria	Água quente	KCl quente	NaHCO ₃	KMnO ₄	ISNT
	Dose de N (mg kg^{-1})	Massa (g kg^{-1})	Dose de N (mg kg^{-1})	Massa (g kg^{-1})						
Cama de café	150	5,78	1500	57,8						
	300	11,6	3000	116						
	450	17,3	4500	173						
Esterco bovino	150	25,3	1500	253						
	300	50,6	3000	506						
	450	75,9	4500	759						
Esterco de aves	150	5,8	1500	58,1						
	300	11,6	3000	116						
	450	17,4	4500	174						
Esterco de poedeira	150	15,1	1500	151						
	300	30,2	3000	310						
	450	45,4	4500	454						
Lodo seco	150	2,8	1500	27,9						
	300	5,6	3000	55,8						
	450	8,4	4500	83,7						
Película de café	150	6,4	1500	64,0						
	300	12,8	3000	128	4	4	3	3	0,2	3
	450	19,2	4500	192						
Pó de café	150	5,9	1500	58,7						
	300	11,7	3000	117						
	450	17,6	4500	176						
Torta de filtro	150	129	1500	1293						
	300	259	3000	2586						
	450	388	4500	3879						
Torta de mamona	150	2,4	1500	23,8						
	300	4,8	3000	47,6						
	450	7,1	4500	71,4						
Turfa	150	15,8	1500	159						
	300	31,7	3000	317						
	450	47,6	4500	476						
Cama de serragem	150	6,1	1500	61,3						
	300	12,2	3000	122						
	450	18,4	4500	184						

ANEXO III – Aspecto visual das plantas após 123 dias de plantio (terceiro corte).

Esterco Bovino



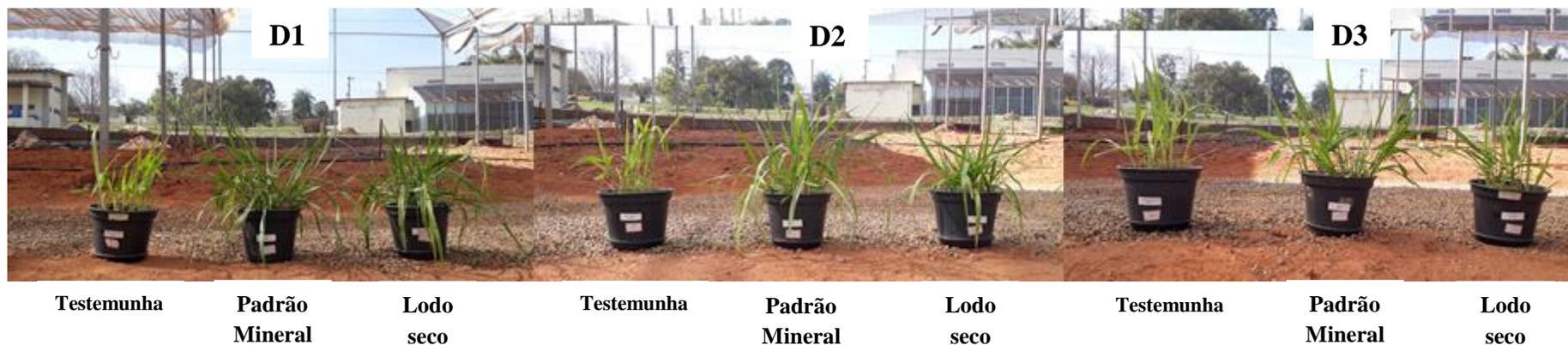
Cama de frango de serragem



Estercos de aves



Lodo seco



Torta de mamona

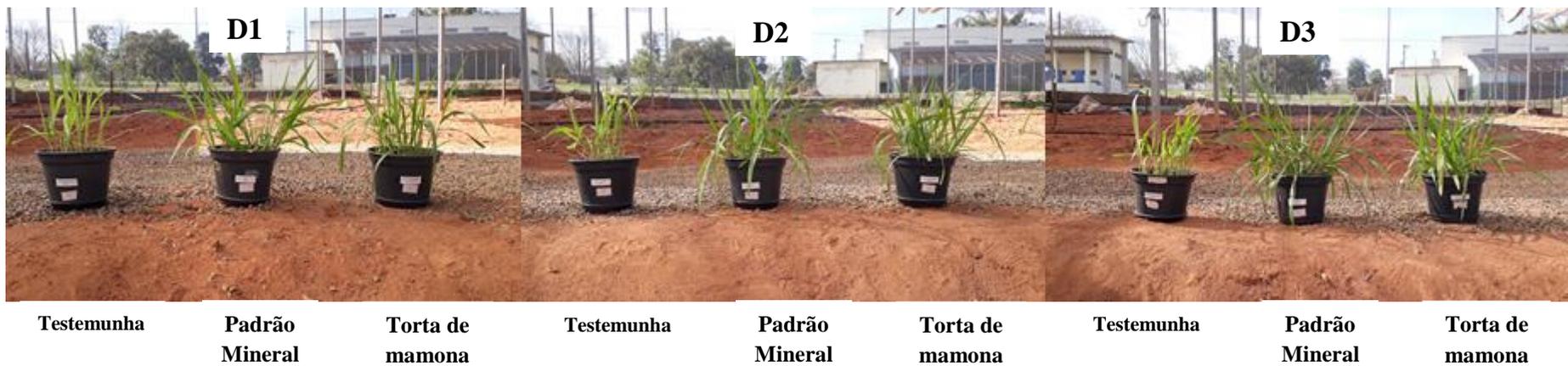


Tabela 22. Coeficientes de correlação linear (r) entre os valores de TMN obtidos nos métodos biológicos de incubação e as quantidades acumulada (QA) de N absorvido pela parte aérea do capim-braquiária.

tratamento	1	2	3	N _{mac} aeróbio	TMN aeróbio	TMN _{aeróbio} + N _{disponível}	TMN _{aeróbio} + tempo 0	N _{mac} anaeróbio	TMN anaeróbio	TMN _{anaeróbio} + N _{disponível}	TMN _{anaeróbio} + tempo 0
1	1,00	0,99	0,98	0,41	0,58	0,64	0,68	0,69	0,83	0,70	0,77
2		1,00	0,99	0,45	0,59	0,69	0,73	0,71	0,81	0,72	0,77
3			1,00	0,45	0,62	0,73	0,76	0,68	0,78	0,71	0,78
N _{mac} _{aeróbio}				1,00	0,73	0,38	0,28	0,80	0,43	0,00	0,48
TMN _{aeróbio}					1,00	0,54	0,48	0,75	0,73	0,11	0,72
TMN _{aeróbio} + N _{disponível}						1,00	0,92	0,40	0,40	0,78	0,32
TMN _{aeróbio} + tempo 0							1,00	0,42	0,49	0,81	0,45
N _{mac} _{anaeróbio}								1,00	0,82	0,28	0,69
TMN _{aeróbio}									1,00	0,43	0,80
TMN _{anaeróbio} + N _{disponível}										1,00	0,22
TMN _{anaeróbio} + tempo 0											1,00

⁽¹⁾ Primeiro corte (60 dias); ⁽²⁾ segundo corte (83 dias); ⁽³⁾ terceiro corte (123 dias). Eficiência de uso= [(N absorvido – N absorvido pela testemunha) / N aplicado] *100.