

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL, ARQUITETURA E URBANISMO

**DINÂMICA DE METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS NO
SOLO APÓS APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO**

Cristiano Mano da Silva

Campinas
fevereiro de 2005

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL, ARQUITETURA E URBANISMO

**DINÂMICA DE METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS NO
SOLO APÓS APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO**

Cristiano Mano da Silva

Orientador: Prof. Dr. Edson Aparecido Abdul Nour

Co-orientador: Prof. Dr. Ronaldo Severiano Berton

Dissertação de Mestrado apresentada à
Comissão de Pós-graduação da Faculdade de
Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo da
Universidade Estadual de Campinas, como parte
dos requisitos para obtenção do título de Mestre
em Engenharia Civil, na área de concentração
Saneamento e Ambiente.

Campinas
fevereiro de 2005

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Si38d	Silva, Cristiano Mano da Dinâmica de metais potencialmente tóxicos no solo após aplicação de lodo de esgoto / Cristiano Mano da Silva.--Campinas, SP: [s.n.], 2005. Orientador: Edson Aparecido Abdul Nour. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo. 1. Lodo de esgoto. 2. Metais pesados. 3. Química do solo. I. Nour, Edson Aparecido Abdul. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo. III. Título.
-------	--

Título em Inglês: Dynamics of potentially toxic metals in soil after sewage
sludge application.

Palavras-chave em Inglês: Sewage sludge, Heavy metals e Soil chemistry.

Área de concentração: Saneamento e Ambiente.

Titulação: Mestre em Engenharia Civil

Banca examinadora: Milton Tomoyuki Tsutiya, José Roberto Guimarães e
Ângela dos Santos Barretto

Data da defesa: 21/02/2005

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL, ARQUITETURA E URBANISMO

**DINÂMICA DE METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS NO SOLO APÓS
APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO**

CRISTIANO MANO DA SILVA

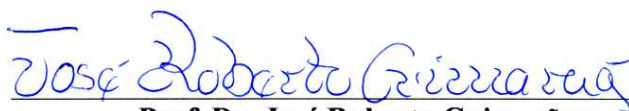
Dissertação de Mestrado aprovada pela Banca Examinadora, constituída por:



Prof. Dr. Edson Aparecido Abdul Nour
Presidente e Orientador / FEC - UNICAMP



Prof. Dr. Milton Tomoyuki Tsutiya
Departamento de Engenharia Hidráulica e Sanitária - Escola Politécnica USP



Prof. Dr. José Roberto Guimarães
FEC - UNICAMP



Dr.ª Ângela dos Santos Barretto

Campinas, 21 de fevereiro de 2005

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação aos meus queridos avós, Francisco Januário (*in memoriam*) e Maria das Dores, que me inspiraram com a sua história de luta, dedicação e superação, aliado à bondade e generosidade de “Seu” Januário, e à fé e grande coragem de “Dona” Maria.

AGRADECIMENTOS

- ❖ Aos meus pais, Luiz e Léia, e aos meus irmãos, Andréia e Fernando, por todo incentivo, paciência e principalmente muito amor; aos meus avós Maria e Januário (*in memoriam*) e ao meu tio César, pelo grande apoio;
- ❖ À querida Kátia, por todo o apoio e dedicação em todos os momentos da pesquisa;
- ❖ Ao Prof. Dr. Edson Nour pela orientação e amizade;
- ❖ À Dra. Ângela Barretto, pela orientação e apoio ao longo de todo o trabalho;
- ❖ Ao Dr. Ronaldo Berton, do IAC, pela orientação e apoio na conservação de amostras;
- ❖ Ao Químico Enelton Fagnani, responsável pelo Laboratório de Saneamento da FEC, pela amizade, paciência e profissionalismo;
- ❖ Às bolsistas de iniciação científica Camilla e Martina, pelo grande apoio no desenvolvimento da pesquisa, naqueles momentos mais difíceis e trabalhosos;
- ❖ À Companhia de Saneamento Ambiental do Distrito Federal – CAESB, em especial ao Dr. José Antônio da Silveira, Diretor Técnico, e aos companheiros de Casa, Humberto (*in memoriam*), Eduardo, Aparício, Júlio, Maurício, Felipe, André, Fábio Junio, Amélia e Ivon;
- ❖ Aos companheiros e grandes amigos da pós, Lígia, Saulo, Oder, Renata, Alexandre Pansani, Alexandre Kanegae, Carolina, Jaqueline (FEA), Adriano (Alemão), Rodrigo, Adriano (Ribeirão Preto), Archimedes, Edmar e Guilherme;
- ❖ Aos estagiários e/ou bolsistas Gustavo, Dilma, Paulo, Anderson (Magno), Fernando, Vanessa, Edenise e Gláucia, pela amizade e descontração no LabSan;
- ❖ À Dra. Marta e à Msc. Patrícia, pelo apoio, orientação nos trabalhos de campo e pela amizade;
- ❖ Aos alunos de graduação André e Eduardo, pelo apoio e amizade no trabalho de laboratório;
- ❖ Aos funcionários Obadias e Daniel, pela amizade e companheirismo;
- ❖ Às estagiárias do Laboratório de Saneamento do CESET Janaína, Andréia, Bianca, Tássia, e à Química Cristiane, pelo apoio nos momentos iniciais no laboratório;
- ❖ Ao Msc. Geraldo Dragoni, chefe do laboratório de Saneamento do CESET/UNICAMP;
- ❖ Aos Sr. Ovídio e Dona Terezinha, pelo acolhimento e amizade;

- ❖ Ao Prof. Dr. Bruno Couraucci, pela orientação e por permitir a utilização dos protótipos para aplicação do lodo;
- ❖ À pesquisadora Dra. Edna Bertoncini, pelos conselhos e orientação;
- ❖ Ao Funcionário Saul, da Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo - FEC, pela amizade e transporte do lodo;
- ❖ Aos demais funcionários da FEC, em especial aos do Departamento de Saneamento e Ambiente e da Secretaria de Pós-graduação;
- ❖ Ao “Gaúcho”, de São Bernardo do Campo, pela atenção e disponibilidade;
- ❖ À Companhia de Saneamento de São Bernardo do Campo;
- ❖ À Companhia de Saneamento de Jundiaí, pela atenção e por autorizar a utilização do lodo, em especial à funcionária Tatiana Russo, chefe de laboratório;
- ❖ Ao Eng. José Roberto, da Sabesp, pelos conselhos e por disponibilizar a visita à ETE Franca;
- ❖ Ao Prof. Dr. José Roberto Guimarães e ao Prof. Dr. Pedro Fadini, pelo grande apoio e amizade;
- ❖ Aos funcionários do COTIL Chang e Edmilson, pelo apoio quanto ao trado;
- ❖ Ao Prof. Dr. José Roberto Siviero, do COTIL, pelo apoio e amizade;
- ❖ E a todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para que este trabalho ganhasse forma, conteúdo e essência.

Agradecimentos especiais ao CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, que apoiou durante um ano este projeto por meio da bolsa de estudo, processo 130011/1998-3.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	<i>xi</i>
LISTA DE QUADROS	<i>xiii</i>
LISTA DE SÍMBOLOS	<i>xiv</i>
RESUMO	<i>xvi</i>
ABSTRACT	<i>xvii</i>
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	4
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1 PROCESSO DE GERAÇÃO DE LODO EM UMA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTOS	5
3.2 APLICAÇÃO DO LODO DE ESGOTO NA AGRICULTURA	8
3.2.1 LEGISLAÇÃO	9
3.3 "LANDFARMING"	12
3.4 PROPRIEDADES DOS SOLOS QUE INTERFEREM NA BIODISPONIBILIDADE, MOBILIDADE E ESPECIAÇÃO QUÍMICA DOS METAIS	13
3.4.1 pH	13
3.4.2 CAPACIDADE DE TROCA CATIONICA (CTC)	14
3.4.3 MATÉRIA ORGÂNICA (M.O.)	15
3.4.4 ARGILAS	16
3.4.5 ESTUDOS SOBRE A RETENÇÃO DE METAIS NO SOLO	18
3.5 METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS – TERMINOLOGIAS	19
3.6 ORIGEM DOS METAIS NO SOLO E NO LODO	20
3.7 CARACTERÍSTICAS DOS METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS	22
3.7.1 CÁDMIO (Cd)	22
3.7.2 CROMO (Cr)	23
3.7.3 COBRE (Cu)	23
3.7.4 NÍQUEL (Ni)	25
3.7.5 CHUMBO (Pb)	26
3.7.6 ZINCO (Zn)	27
3.8 MECANISMOS DE ADSORÇÃO DE METAIS NO SOLO	28
3.8.1 ADSORÇÃO ESPECÍFICA	29
3.8.2 COMPLEXAÇÃO ORGÂNICA	30
3.8.3 PRECIPITAÇÃO E CO-PRECIPITAÇÃO	30
3.8.4 REAÇÕES DE OXIDAÇÃO E REDUÇÃO	31
3.8.5 COMPETIÇÃO NO SOLO PELA ADSORÇÃO DE METAIS	32

3.9 ESTUDOS SOBRE OS EFEITOS DA APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO NAS PROPRIEDADES DO SOLO	33
3.9.1 TEORIA DO PLATÔ x TEORIA DA BOMBA RELÓGIO	36
3.10 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DOS METAIS TOTAIS E BIODISPONÍVEIS	36
3.11 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS NO SOLO	38
4 MATERIAL E MÉTODOS	40
4.1 LOCALIZAÇÃO E DESCRIÇÃO DO EXPERIMENTO	40
4.2 ORIGEM DO LODO DE ESGOTO	43
4.3 METODOLOGIA DE APLICAÇÃO DO LODO DE ESGOTO NO SOLO	43
4.4 METODOLOGIA DE COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO	45
4.5 METODOLOGIA DE COLETA DO LÍQUIDO PERCOLADO NO SOLO	46
4.6 ANÁLISE DOS METAIS PSEUDO TOTAIS NO SOLO E NO LODO	46
4.7 ANÁLISE DOS METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS NO SOLO	47
4.7.1 DIGESTÃO COM ÁCIDO CLORÍDRICO - HCl 0,5 mol.L ⁻¹	47
4.7.2 EXTRAÇÃO COM DTPA (ÁCIDO DIETILENO TRIAMINO PENTACÉTICO)	48
4.8 ANÁLISE DOS METAIS PSEUDO-TOTAIS NO LÍQUIDO PERCOLADO	48
4.9 DETERMINAÇÃO DA CAPACIDADE DE TROCA CATIONICA DO SOLO	49
4.9.1 ACIDEZ TROCÁVEL	49
4.9.2 DETERMINAÇÃO DE Ca ⁺⁺ + Mg ⁺⁺	49
4.9.3 DETERMINAÇÃO DE Na ⁺ e K ⁺	50
4.9.4 SOMA DAS BASES	50
4.10 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO	50
4.11 DETERMINAÇÃO DO pH DO EXTRATO AQUOSO DO SOLO E DO LODO	51
4.12 DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO EXTRATO AQUOSO DO SOLO	52
4.13 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE METAIS NO SOLO	52
a) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO SOLÚVEL E DA FRAÇÃO TROCÁVEL	52
b) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO LIGADA À MATÉRIA ORGÂNICA	53
c) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO REDUTÍVEL	53
d) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO RESIDUAL	53
5 RESULTADOS e DISCUSSÃO	54
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO LODO DE ESGOTO UTILIZADO NO EXPERIMENTO	54
5.2 CARACTERIZAÇÃO DO SOLO ANTES DA INCORPORAÇÃO DO LODO	55
5.3 CARACTERIZAÇÃO DO SOLO APÓS A INCORPORAÇÃO DO LODO	60
5.3.1 METAIS PSEUDO-TOTAIS	64

5.3.3 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL	77
5.4 ANÁLISE DO PERCOLADO	83
6 CONCLUSÕES	85
7 RECOMENDAÇÕES	88
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89
9 ANEXOS	94
I – CURVA GRANULOMÉTRICA DO SOLO UTILIZADO NO PREENCHIMENTO DOS PROTÓTIPOS E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO	94
II – TEOR DE METAIS PSEUDO-TOTAIS (HNO_3 - 6 mol.L^{-1})	96
III – TEOR DE METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS (HCl - $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$)	101
IV – TEOR DE METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS (DTPA - $0,005 \text{ Mol.L}^{-1}$)	106
V – FRACIONAMENTO SEQUENCIAL	111
VI – ACIDEZ REAL E CAPACIDADE DE TROCA CATIONICA EFETIVA DO SOLO	114
VII – TEOR DE MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO	117
VIII – CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO EXTRATO SATURADO DO SOLO	119
IX – pH DO SOLO	121
X – LÍQUIDO PERCOLADO DOS COLETORES DE DRENAGEM LIVRE	123
XI – PERCENTUAL DE BIODISPONIBILIDADE EM RELAÇÃO AO TEOR PSEUDO-TOTAL	128
XII – ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS	132

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Etapas do tratamento de lodo de esgoto.	7
Figura 2 - Esquema de classificação da matéria orgânica do solo.	15
Figura 3 – Grupos de minerais secundários da fração argila.	17
Figura 4 – Fontes antropogênicas da contaminação de metais em solos e águas.	20
Figura 5 – Vista dos protótipos utilizados no experimento	40
Figura 6 – Vista dos coletores de drenagem livre antes do preenchimento com solo.	42
Figura 7 – Registro dos coletores de drenagem livre.	42
Figura 8 – Trado helicoidal para coleta de solos.	45
Figura 9 – Coleta de líquido percolado armazenado nos coletores de drenagem livre.	46
Figura 10 – Variações no teor de zinco do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo.	64
Figura 11 - Variações no teor de cobre do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo.	65
Figura 12 – Variações no teor de cromo do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo.	66
Figura 13 – Variações no teor de chumbo do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo.	67
Figura 14 – Correlação do teor de metais pseudo-totais com o percentual de matéria orgânica do solo na profundidade de 5 cm.	69
Figura 15 – Variação do zinco ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível	70
Figura 16 – Variação do cobre ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível.	71
Figura 17 – Variação do chumbo e do cromo ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível.	72
Figura 18 – Correlações dos teores biodisponíveis de Zn e Cu com o teor de matéria orgânica e com o pH do solo, nos protótipos com incorporação de lodo, para a coleta “1”.	74
Figura 19 – Correlações dos teores biodisponíveis de Ni, Pb e Cr com o teor de matéria orgânica e com o pH do solo, nos protótipos com incorporação de lodo, para a coleta “1”.	75

Figura 20 – Fracionamento seqüencial obtido para o Zn nas coletas “0” e “4”	79
Figura 21 – Fracionamento seqüencial obtido para o Cu nas coletas “0” e “4”.	80
Figura 22 – Fracionamento seqüencial obtido para o Cr nas coletas “0” e “4”	81
Figura 23 – Fracionamento seqüencial obtido para o Pb nas coletas “0” e “4”	82
Figura 24 – Fracionamento seqüencial obtido para o Ni nas coletas “0” e “4”.	83
Figura 25 – Variações na concentração de zinco no líquido percolado ao longo das coletas, para as profundidades de 25 e 50cm.	83

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Principais parâmetros de valor agrônômico de diferentes tipos de lodos de esgotos em comparação com a composição típica de um fertilizante agrícola.	7
Quadro 2 – Concentrações limites de metais no lodo	11
Quadro 3 – Taxa de aplicação anual máxima de metais em solos agrícolas tratados com lodos	11
Quadro 4 – Cargas cumulativas máximas permissíveis de metais pela aplicação de lodo em solos agrícolas	12
Quadro 5 - Principais metais encontrados nos lodos sanitários provenientes de atividades industriais	21
Quadro 6 – Ordem de afinidade dos metais divalentes pela matéria orgânica do solo, relacionada à eletronegatividade	30
Quadro 7 - Metais normalmente co-precipitados com os minerais secundários nos solos	31
Quadro 8 – Métodos de extração sequencial utilizados por diversos autores	38
Quadro 9 – Caracterização do lodo utilizado no experimento. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.	54
Quadro 10 – Taxa anual de aplicação de metais, para as taxas de aplicação de lodo utilizadas no experimento.	55
Quadro 11 – Quantidade de lodo aplicada nos protótipos antes da presente pesquisa	56
Quadro 12 – Análise química do solo antes da aplicação do lodo da presente pesquisa. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório	57
Quadro 13 – Teor de metais pseudo-totais no solo antes da aplicação do lodo da presente pesquisa. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.	59
Quadro 14 – Análise química do solo da coleta “1”, realizada um mês após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório	62
Quadro 15 – Análise química do solo da coleta “4”, realizada oito meses após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório	63

LISTA DE SÍMBOLOS

Al	Alumínio
S	Soma das Bases
$C_2H_2O_4.2H_2O$	Ácido Oxálico dihidratado
$C_6H_8O_6$	Ácido Ascórbico
Ca	Cálcio
Cd	Cádmio
Cr	Cromo
Co	Cobalto
Cu	Cobre
CE	Condutividade Elétrica do extrato saturado do solo
CESET	Centro Superior de Ensino Tecnológico
CETESB	Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental
CH_3COONa	Acetato de Sódio
$C_2H_8N_2O_4$	Oxalato de Amônio
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CSJ	Companhia de Saneamento de Jundiaí
CTA	Capacidade de Troca Aniônica
CTC	Capacidade de Troca Catiônica
DTPA	Ácido Dietileno Triamino Pentaacético
$dS\ m^{-1}$	decisiemens por metro
EDTA	Ácido Etileno Diamino Tetraacético
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
EPA	Agência de Proteção Ambiental (Estados Unidos)
ESALQ	Escola Superior de Agronomia Luiz de Queiroz
ETE	Estação de Tratamento de Esgotos
FAAS	Espectrômetro de Absorção Atômica por Chama
FAO	Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação
Fe	Ferro
HCl	Ácido Clorídrico
Hg	Mercúrio

HNO ₃	Ácido Nítrico
IAC	Instituto Agronômico de Campinas
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
Mg	Manganês
mg kg ⁻¹	miligrama por quilograma
mg L ⁻¹	miligrama por litro
M.O.	Teor de Matéria Orgânica
Mo	Molibdênio
NaOCl	Hipoclorito de Sódio
Ni	Níquel
PCZ	Potencial de Carga Zero
PEDB	Polietileno de Baixa Densidade
Pb	Chumbo
RAS	Relação de Adsorção de Sódio
Se	Selênio
Si	Silício
Sr(NO ₃) ₂	Nitrato de Estrôncio
TDH	Tempo de Detenção Hidráulica
t.ha ⁻¹	toneladas por hectare
TEA	Trietanolamina
USDA	United States Department of Agriculture
Zn	Zinco

RESUMO

SILVA, CRISTIANO MANO DA. *Dinâmica de Metais Potencialmente Tóxicos no solo após aplicação de lodo de esgoto*. Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo da Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2005.

A presente pesquisa teve por objetivo o estudo da dinâmica de seis metais potencialmente tóxicos – Cd, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn - em solo do tipo franco argiloso, que sofreu incorporação de lodo de esgoto em uma única aplicação. O solo analisado estava contido em seis protótipos de fibra de vidro de 1,20 m de altura por 1,00 m de diâmetro, preenchidos com solo; no interior de cada um deles foram instalados coletores de drenagem livre, às profundidades de 0,25; 0,50; 0,75 e 1,00 m. Os protótipos receberam durante 20 meses aplicações regulares de lodo em pesquisas anteriores, permanecendo em repouso por mais 20 meses, até sua reutilização na presente pesquisa. Foram adotadas três taxas de aplicação de lodo (base seca): 100, 67 e 33 t ha⁻¹, no solo sem aplicação de cal e 67 t ha⁻¹ no solo que sofreu calagem em pesquisas anteriores. A caracterização do solo antes da nova incorporação de lodo revelou a influência das aplicações anteriores, uma vez que, em relação aos protótipos testemunhas, obteve-se valores de pH menores, teores de matéria orgânica e condutividade elétrica do extrato saturado do solo mais elevados nas camadas superficiais e acidez real maior nos protótipos sem cal. Os maiores valores da CTC foram encontrados apenas no perfil de solo de 0 a 0,05 m nos solos que sofreram calagem. Com a nova incorporação do lodo, o qual se apresentava em condições ácidas, o teor de metais pseudo-totais no solo aumentou destacadamente no perfil de profundidade de 0 a 0,05 m, proporcional ao percentual de matéria orgânica no solo. Além disso, a partir da análise do percentual de biodisponibilidade dos metais, obteve-se que a sequência decrescente mais comum para a extração por HCl foi: Zn = Cu = Pb > Cr, enquanto a sequência mais comum para o DTPA foi: Zn > Cu > Pb = Cr. Na análise por HCL, a taxa de 33 t.ha⁻¹ foi considerada a mais adequada para uma aplicação de lodo com fins agrícolas, enquanto na extração por DTPA as três taxas de aplicação podem ser utilizadas na agricultura. Quanto à extração sequencial, o Zn apresentou-se em grande parte nas formas solúvel e trocável, enquanto o Cr foi encontrado preferencialmente na forma de precipitados insolúveis; o chumbo demonstrou boa afinidade com a matéria orgânica, podendo apresentar-se na forma solúvel ou insolúvel, dependendo do pH do solo e da fração predominante do húmus na matéria orgânica; o cobre apareceu ligado à matéria orgânica do solo e na forma de precipitados insolúveis; O níquel foi detectado apenas no protótipo com maior taxa de aplicação de lodo, apresentando-se na forma redutível; o Cd não foi detectado em nenhum dos protótipos. Mesmo a um pH ácido, apenas o zinco revelou alguma mobilidade no solo, tendo sido detectado em profundidades de até 0,50 m.

Palavras-chave: lodo de esgoto; metais no solo; biodisponibilidade de metais; disposição controlada de lodo no solo; extração sequencial de metais e mobilidade dos metais.

ABSTRACT

SILVA, CRISTIANO MANO DA. Dynamics of Potentially Toxic Metals in soil after sewage sludge application. Master's Thesis presented to the College of Civil Engineering, Architecture and Urbanism of the University of Campinas. Campinas, 2005.

The present research aims at studying the dynamics of six potentially toxic metals – Cd, Cr, Cu, Ni, Pb and Zn – on a clay loam soil, where sewage sludge was incorporated in a single application. The soil under analysis was contained in six fiberglass prototypes (1.2 m high x 1.0 m in diameter); inside each prototype, free-drainage collectors were installed at 0.25, 0.50, 0.75 and 1.0 meter deep to collect leachate. The prototypes had received during 20 months regular applications from sludge in previous research, remaining in rest for 20 months more, until its use in the present research.

Three sludge application rates were adopted (dry basis) in soil that had no application of lime – 100, 67 and 33 t ha⁻¹ – and one in soil with lime application – 67 t ha⁻¹. The lime had been applicated in previous studies. The analysis of the soil before the new sludge incorporation revealed the influence of applications performed 20 months earlier; when comparing with the control prototypes, we found lower pH values, higher levels of organic matter and electric conductivity of the saturated stratum in the superficial layers, and higher real acidity in the prototypes without lime. Higher CEC values were found only in the 0 to 0,05-m soil profile in those soils that had lime application. With the sludge incorporation, that presented acid conditions, the level of pseudo-total metals in the soil significantly increased in the 0 to 0,05-m profile, in proportion to the percentage of organic matter in the soil. The analysis of the metal bioavailability percentage showed that the commonest decreasing sequence for HCl extraction was Zn = Cu = Pb > Cr, whereas the commonest sequence for DTPA was Zn > Cu > Pb = Cr. In the analysis for HCL, the rate of 33 t ha⁻¹ was considered the most adjusted for an application of sludge with agricultural ends, while in the extration for DTPA the three application rates can be used in agriculture. With regard to sequential extraction, Zn appeared mostly in soluble and exchangeable form, whereas Cr was mostly found in the form of insoluble precipitates; Pb showed greater affinity with organic matter, being found both in soluble and insoluble form, depending on the pH of the soil and the predominant fraction of humus in the organic matter; Cu appeared linked to organic matter in the soil and in the form of insoluble precipitates; Ni was found in the prototype with higher sludge application rate, present in the reducible fraction; Cd was not detected in the soil. The study of metal mobility in soil only revealed the mobility of zinc, even at an acid pH level; this metal was found in layers up to 0,50 m deep.

Keywords: sewage sludge; metals in soil; metal bioavailability; controlled sludge disposal in the soil; metal sequential extraction and metal mobility.

1 INTRODUÇÃO

A universalização dos serviços de saneamento básico deve se constituir em uma das principais metas de uma nação que deseja elevar a qualidade de vida de seu povo, proporcionando bem-estar, dignidade e cidadania. Ao mesmo tempo, essa universalização pode promover uma interação mais sustentável com o meio ambiente, possibilitando a reciclagem dos recursos naturais utilizados pelo Homem e a sua disposição adequada na natureza, procurando-se respeitar os ciclos biogeoquímicos do ecossistema.

Infelizmente o que se presencia na atualidade são graves problemas ambientais, sociais e econômicos, que afligem praticamente todo o nosso Planeta, e que se refletem diretamente na falta de saneamento básico a bilhões de pessoas em todo o Planeta e na degradação acelerada do meio ambiente, incluindo a poluição das águas, do ar e do solo, o empobrecimento do solo para fins agrícolas, a degradação de florestas e as profundas alterações climáticas percebidas nas últimas décadas.

Considerando-se a população total estimada no Planeta em 2002 e o percentual de pessoas com acesso a água potável e ao saneamento básico em 2000, contidas no *Human Development Report – 2004* (UNDP, 2004), documento elaborado pela Organização das Nações Unidas, calcula-se que cerca de 1 bilhão e 100 milhões de pessoas em todo o mundo não tem acesso a água potável, enquanto 2,4 bilhões de pessoas não dispõem de serviços de saneamento adequados. No Brasil, segundo dados do IBGE (2001), apenas 66,7 % dos domicílios contavam com rede de esgotamento em 2001; dos 9.848 distritos do território brasileiro, classificados pelo IBGE em 2000, 41,6 % dispunham de redes de coleta de esgotos, e destes apenas 33,8 % contavam com tratamento de esgotos, o que significa que somente 14 % dos distritos no Brasil apresentavam algum tipo de tratamento de seus efluentes domésticos.

Os dados acima confirmam a necessidade urgente de maiores investimentos na área de saneamento, incluindo **a coleta e o tratamento de efluentes domésticos e industriais**, importantes na preservação da qualidade da água de corpos receptores e das águas subterrâneas adjacentes, além da manutenção do equilíbrio do ecossistema no qual esses corpos d'água estão inseridos, englobando a fauna, a flora, o solo, o ar e as comunidades humanas que dependem dos recursos naturais ali presentes para a sua sobrevivência.

Existem diversos tipos de tratamento de efluentes domésticos e industriais, que utilizam processos químicos, físicos e/ou biológicos, empregados em função do tipo de efluente a ser tratado e da eficiência requerida na remoção de matéria orgânica, nutrientes, microorganismos patogênicos e outros elementos potencialmente tóxicos presentes no efluente.

Em boa parte desses tratamentos, principalmente naqueles em que predominam os processos biológicos, pode haver a geração de um resíduo de composição muito variável, sendo rico principalmente em matéria orgânica (40-60 %), em nitrogênio e alguns micronutrientes, o chamado **lodo de esgoto** (MELO E MARQUES, 2000).

Após várias décadas de pesquisa na busca de alternativas para o aproveitamento e/ou disposição final do lodo de esgoto, a utilização na agricultura é uma das alternativas que vem sendo utilizadas em todo o mundo de forma crescente.

Segundo Tsutiya (2000), a matéria orgânica presente no lodo de esgoto melhora a capacidade de armazenamento e de infiltração da água no solo, aumentando a resistência dos agregados e reduzindo a erosão; além disso, os macro e micro nutrientes presentes no lodo são essenciais para o desenvolvimento das plantas, podendo até substituir parte da adubação mineral.

Além dos aspectos positivos, todavia, o lodo de esgoto pode conter microorganismos patogênicos, compostos orgânicos e metais potencialmente tóxicos, os quais podem contaminar trabalhadores agrícolas, comprometer a qualidade das culturas para consumo, além da possibilidade de contaminação do lençol freático com macronutrientes e metais potencialmente tóxicos.

Ao contrário dos patógenos e dos compostos orgânicos, os metais tendem a permanecer no solo por um período indeterminado. O cádmio, por exemplo, pode ter um tempo de meia-vida no solo de até 1100 anos (ALLOWAY, 1995). Esses metais podem se acumular na cadeia alimentar e na água, tornando-se tóxicos a microorganismos, plantas e animais superiores.

Devido à grande produção de lodo de esgoto nos países desenvolvidos, altamente industrializados, e ao interesse crescente dos agricultores na aplicação desse insumo no solo para fins agrícolas, os metais potencialmente tóxicos presentes no lodo vêm recebendo considerável atenção em diversas partes do mundo, destacando-se os EUA e vários países da Comunidade Econômica Européia. (ALLOWAY, 1995).

No Brasil tem-se verificado um aumento no número de estações de tratamento de esgotos domésticos e industriais em operação, as quais se utilizam em grande parte de unidades de tratamento biológicas, proporcionando dessa maneira uma maior geração de lodo, o qual vem sendo aplicado de forma crescente em diferentes culturas agrícolas como café, cana-de-açúcar, soja, milho e em áreas de reflorestamento de eucaliptos.

Diante do exposto, os estudos sobre a dinâmica de metais nos solos brasileiros tornam-se fundamentais na avaliação de riscos quanto à aplicação do lodo de esgoto no solo, levando-se em conta não somente o potencial de absorção de metais pelas culturas agrícolas submetidas a tal aplicação, mas também a qualidade das águas subterrâneas e o acúmulo dos metais no solo, os quais posteriormente, ao longo de décadas, podem ser liberados na solução do solo.

Outra consequência importante dos estudos citados acima é a elaboração de legislações mais adequadas à realidade brasileira, uma vez que ainda não dispomos de uma legislação nacional (a qual já se encontra em discussão no CONAMA), mas apenas algumas legislações estaduais que se baseiam em normas estrangeiras, geralmente inadequadas em função das diferenças quanto às características de fertilidade do solo e das culturas que recebem a incorporação do lodo.

2 OBJETIVOS

Esta pesquisa se destinou à realização de estudos sobre mobilidade, avaliação do potencial de biodisponibilidade e a distribuição de seis metais potencialmente tóxicos - cádmio, chumbo, cobre, cromo, níquel e zinco - em suas diversas formas num solo do tipo franco argiloso, que sofreu a incorporação de lodo de esgoto em uma única aplicação.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar as variações de algumas características de fertilidade do solo com a incorporação do lodo;
- Avaliar o teor de metais pseudo-totais e potencialmente biodisponíveis no solo, antes e após a incorporação do lodo de esgoto;
- Identificar a distribuição dos metais em suas diversas formas no solo, antes e após oito meses da aplicação do lodo;
- Monitorar a mobilidade dos metais potencialmente tóxicos a partir da análise do líquido percolado do solo a diferentes profundidades.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PROCESSO DE GERAÇÃO DE LODO EM UMA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTOS

O tratamento de efluentes, tanto domésticos quanto industriais, pode envolver diversos tipos de unidades de tratamento combinadas, que variam em função do tipo de efluente a ser tratado, das exigências da legislação vigente quanto às características do efluente tratado, das características do corpo receptor, dos custos dessas unidades de tratamento, do espaço disponível para a construção da estação, além de inúmeros outros parâmetros. Nessas unidades de tratamento podem ocorrer processos químicos, físicos e biológicos que, na maioria das vezes, acontecem de forma interdependente e proporcionam a remoção de boa parte das impurezas contidas nos efluentes, como materiais inertes, matéria orgânica, macro e micro nutrientes, micropoluentes orgânicos, microorganismos patogênicos, metais potencialmente tóxicos, entre outros.

Segundo Fernandes (2000), a composição média do efluente doméstico aponta para uma mistura de água (99,9 %) e sólidos (0,1 %), sendo que 70 % dos sólidos são orgânicos e 30 % são inorgânicos.

Para o tratamento de efluentes de origem doméstica, bem como para alguns efluentes industriais, o tratamento biológico se constitui na etapa principal de uma Estação de Tratamento de Esgotos – E.T.E., onde ocorre a oxidação da matéria orgânica carbonácea e, eventualmente, a oxidação da matéria nitrogenada, em condições aeróbias. Essa oxidação acontece pela atuação da biomassa ativa, composta por uma grande variedade de microorganismos, como bactérias, protozoários, fungos e rotíferos, e pode ser dar por dois caminhos: conversão aeróbia e conversão anaeróbia. Na primeira conversão há utilização de oxigênio pela biomassa, com a produção de gás carbônico e liberação de energia, dentre outros, enquanto a segunda conversão ocorre na ausência de oxigênio, com a produção de metano e gás carbônico, com uma liberação de energia menor que na conversão aeróbia (VON SPERLING, 1996). Tanto na conversão aeróbia quanto na anaeróbia parte da matéria orgânica é mineralizada, tornando-se macro e micronutrientes incorporados à biomassa.

Dessa forma, a estabilização da matéria orgânica presente no efluente proporciona o crescimento da biomassa. Segundo Fernandes (2000), durante a fase do metabolismo celular na biomassa ativa, acontece a floculação biológica, que é regida por fenômenos ainda não totalmente conhecidos, proporcionados pela massa bacteriana de natureza coloidal. É essa floculação que origina o lodo de esgoto, correspondendo a uma mistura de sólidos orgânicos e inorgânicos. A parte mineral se origina da floculação de sólidos inorgânicos em suspensão, enquanto a porção orgânica é composta por uma fração de massa bacteriana viva e outra de sólidos voláteis suspensos sem atividade biológica, que se originam da floculação de sólidos orgânicos inertes do afluente e do decaimento da população de bactérias, correspondente ao resíduo endógeno.

A quantidade de lodo gerada dependerá das condições impostas aos reatores biológicos, sendo tanto menor quanto maior for a idade do lodo (tempo de permanência da biomassa no reator) e a presença de microorganismos com baixa taxa de crescimento na biomassa. (GONÇALVES; LUDUVICE, 2000).

No Quadro 1 é apresentada a comparação dos principais parâmetros de valor agrônômico do lodo de esgotos produzido em Estações de Tratamento de Esgotos no Brasil, Canadá e Estados Unidos, além dos parâmetros de valor agrônômico de um fertilizante típico de uso agrícola.

Após a geração do lodo de esgoto em um reator biológico, tanto aeróbio quanto anaeróbio, este deve sofrer um processo de tratamento para o posterior aproveitamento ou disposição adequada. As etapas geralmente utilizadas no tratamento do lodo, bem como os diversos processos que podem ser utilizados em cada uma dessas etapas, estão apresentados na Figura 1.

A etapa do adensamento do lodo corresponde ao aumento da concentração de sólidos nele contidos, por meio da remoção de parte da água que compõe a umidade do lodo, com o objetivo de reduzir o volume do lodo para manuseio e conseqüente processamento e destino final. Essa etapa propicia a redução dos custos de implantação e operação das unidades de digestão e secagem (JORDÃO; PESSOA, 1995).

Quadro 1 – Principais parâmetros de valor agrônômico de diferentes tipos de lodos de esgotos em comparação com a composição típica de um fertilizante agrícola.

ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTOS							
Parâmetro	ETE Barueri-São Paulo	ETE Franca	ETE Brasília Sul	ETE Belém-Curitiba	Canadá	EUA	Fertilizante típico para uso agrícola
Nitrogênio Total (%)	2,25	5,53	5,5	4,91	5,6	3,0	5,0
Fósforo (%)	1,48	0,93	3,0	3,70	2,4	2,5	10,0
Potássio (%)	0,01	0,26	0,35	0,36	0,01	1	10,0
Matéria Orgânica (%)	44	65,2	52,5	69,4	51	40	-
Ca (%)	7,29	2	4,5	1,59	N.D.	N.D.	-
Mg (%)	N.D.	0,22	0,35	0,60	N.D.	N.D.	-
Zn (mg.kg ⁻¹)	990	1560	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	-
Cu (mg.kg ⁻¹)	348	160	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	-
Fe (mg.kg ⁻¹)	15.117	11995	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	-
pH	11	6,3	7,9	5,9	N.D.	7,0	-

N.D. – Não Disponível

Fonte: TSUTIYA (1999) e (2001) , modificado.

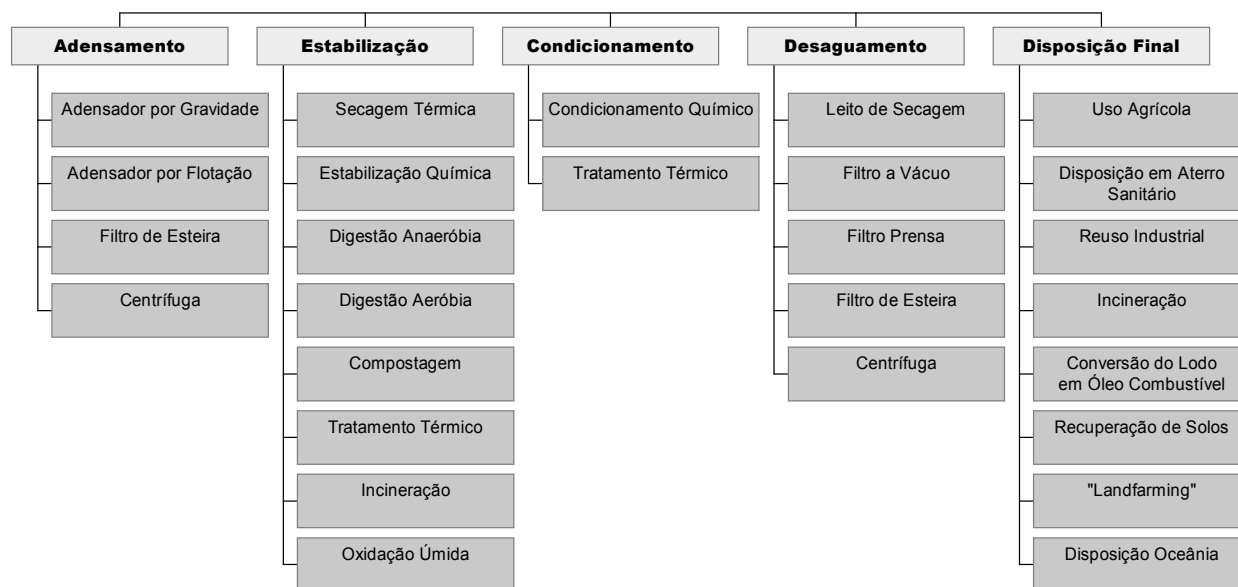


Figura 1 - Etapas do tratamento de lodo de esgoto.

Fonte: WEF (1996) apud TSUTIYA (2000), adaptado.

Com a estabilização do lodo se objetiva reduzir a quantidade de patógenos, eliminar os maus odores e inibir, reduzir ou eliminar o potencial de putrefação (MIKI, 2001). Essa etapa propicia a degradação da matéria orgânica presente na biomassa, convertendo a matéria putrescível em líquidos, sólidos dissolvidos e subprodutos gasosos, com a redução do sólido seco do lodo (JORDÃO; PESSOA, 1995).

O condicionamento do lodo é um processo que visa melhorar as características de separação das fases sólida e líquida do lodo, correspondente ao desaguamento, seja por meios físicos ou químicos (MIKI, 2001). Os produtos químicos utilizados no condicionamento são conhecidos como agentes coagulantes, pois favorecem a agregação das partículas de sólidos e a formação de flocos. Os principais coagulantes utilizados são os coagulantes metálicos e os polieletrólitos (GONÇALVES; LUDUVICE, 2000).

Ainda de acordo com esses autores, a etapa do desaguamento do lodo tem por objetivo uma redução ainda maior do volume desse lodo por meio da redução do seu teor de água, visando a diminuição dos custos de transporte para o local de disposição final; a melhoria das condições de manejo do lodo; facilitar a disposição em aterro sanitário ou o uso na agricultura, além de propiciar o aumento do poder calorífico do lodo, por meio da redução de sua umidade, facilitando a sua incineração.

Existem inúmeras alternativas para a disposição final e/ou aproveitamento do lodo de esgotos, e a escolha de uma determinada alternativa depende do tipo de lodo gerado, dos custos envolvidos nessa disposição final, das distâncias a serem percorridas no transporte do lodo e, até mesmo, da percepção dos técnicos, políticos e da própria sociedade a respeito do potencial benéfico da utilização do lodo de esgoto, especialmente para fins agrícolas.

3.2 APLICAÇÃO DO LODO DE ESGOTO NA AGRICULTURA

A aplicação do lodo de esgoto na agricultura vem se tornando uma prática cada vez mais comum em diversas regiões do país e em diversos países, inclusive nos Estados Unidos e grande parte da Europa. Segundo Tsutiya (1999) cerca de 25 % de todo o lodo de esgoto produzido nos Estados Unidos é utilizado na agricultura, enquanto na Europa e Canadá esse percentual chega a 37 %.

No Brasil, o lodo de esgoto possível de ser utilizado na agricultura de forma saudável é denominado **bio sólido** (TSUTIYA, 2000). Esse resíduo se apresenta como um possível fertilizante para uso agrícola, uma vez que é composto por cerca de 40 % de matéria orgânica e macronutrientes como nitrogênio (2,2 %), fósforo (1,5 %), potássio (0,01 %), cálcio (7,3 %), magnésio (0,3 %), enxofre (0,5 %), além de diversos micronutrientes como o cobre, zinco, manganês, boro, molibdênio.

A aplicação de lodo de esgoto no solo causa aumento no teor de matéria orgânica, melhora o nível de fertilidade do solo, promove o aumento de pH quando o lodo sofre calagem, diminui a acidez potencial do solo, além de permitir o aumento gradual na disponibilidade de nutrientes como cálcio, magnésio e enxofre, funcionando dessa maneira com um **condicionador de solos**. A decomposição dos bio sólidos no solo produz agentes complexantes que facilitam a movimentação de fosfatos combinados com ferro e alumínio, além de permitir melhor aproveitamento dos nutrientes pelas plantas em decorrência da lenta liberação dos mesmos por meio do processo de mineralização da matéria orgânica (TSUTIYA, 2001).

Por outro lado, entretanto, o lodo de esgoto pode conter microorganismos patogênicos, compostos orgânicos e metais potencialmente tóxicos, que podem ser prejudiciais à saúde dos trabalhadores agrícolas e comprometer a qualidade das culturas para consumo, além da possibilidade de contaminação do lençol freático com os metais.

Ao contrário dos patógenos, os metais tendem a permanecer no solo por um período indeterminado, podendo se acumular na cadeia alimentar e na água, tornando-se tóxicos a microorganismos, plantas e animais superiores.

Em relação à presença dos metais potencialmente tóxicos no lodo de esgoto, deve se considerar, para a utilização do lodo na agricultura, as concentrações máximas de metais potencialmente tóxicos no lodo de esgoto, as concentrações máximas de metais em solos agrícolas e as cargas cumulativas máximas de metais em solos, proporcionados pela aplicação desse lodo (TSUTIYA, 2001).

3.2.1 LEGISLAÇÃO

A utilização adequada do lodo de esgoto na agricultura, com o objetivo de preservar a qualidade das culturas beneficiadas, proteger a saúde dos consumidores e trabalhadores rurais, e

evitar a degradação do solo e das águas subterrâneas, requer regulamentação, fixando-se as condições e restrições para que o lodo de esgoto seja aplicado de forma segura para a população e para o ecossistema.

Tendo em vista a necessidade de se regulamentar a aplicação do lodo de esgotos no solo, os estados do Paraná e de São Paulo apresentaram propostas de legislação. No Paraná, por intermédio da Companhia de Saneamento do Paraná – SANEPAR, foi regulamentada a utilização de lodo de esgoto produzido no estado, adotando-se alguns critérios adaptados da legislação da Espanha. Em São Paulo, a Companhia de Tecnologia e Saneamento Ambiental – CETESB estabeleceu a Norma P 4.230, de agosto de 1999, que trata sobre critérios para projeto e operação relacionados à aplicação de lodos em áreas agrícolas. Esta norma foi basicamente uma adaptação da norma 40 CFR (*Code of Federal Regulations*) Part 503 da USEPA – *United States Environmental Protection Agency* (PIGOZZO, 2003).

A Norma P 4.230 da CETESB estabelece que o lodo de esgoto deverá sofrer uma caracterização química e microbiológica, baseando-se nos resultados de pelo menos três amostras compostas, coletadas em datas diferentes. O lodo que se origina apenas de esgotos sanitários deverá ser caracterizado quanto à fração de mineralização (FM) do nitrogênio, determinando-se o nitrogênio disponível (correspondente à soma da FM do nitrogênio orgânico, nitrogênio amoniacal, nitrito e nitrato), o mesmo valendo para o lodo oriundo de efluentes industriais, o qual será caracterizado também quanto à degradação de matéria orgânica, quanto à toxicidade e quanto à elevação do pH.

Quanto à presença de patógenos, o lodo será classificado em Classe A ou Classe B. Para ser considerado de Classe A, o lodo deverá ter uma densidade inferior a 10^3 NMP/g ST (Número Mais Provável por grama de Sólidos Totais) para coliformes totais, e 3 NMP/4g ST para *Salmonella sp*, enquanto para ser de Classe B o lodo deverá ter uma densidade de coliformes fecais inferior a 2×10^6 NMP/g ST. Não será aceita a aplicação de lodo que não atenda aos requisitos mínimos exigidos pela classe B.

A norma fixa limites para o teor de metais no lodo de esgotos, conforme estabelecido no Quadro 2. Acima desses valores o lodo não deve ser aceito para utilização na agricultura.

A taxa de aplicação a ser adotada deve corresponder ao menor valor calculado em função do nitrogênio disponível, do teor de metais, da capacidade de elevação de pH do solo, ou de outros nutrientes, se necessário. No Quadro 3 são apresentados os limites do teor de metais potencialmente tóxicos a serem aplicados anualmente no solo.

Quadro 2 – Concentrações limites de metais no lodo

Metal	Concentração máxima permitida no lodo (base seca) mg/kg
Arsênio	75
Cádmio	85
Cobre	4300
Chumbo	840
Mercúrio	57
Molibdênio	75
Níquel	420
Selênio	100
Zinco	7500

Fonte: CETESB (1999)

Quadro 3 – Taxa de aplicação anual máxima de metais em solos agrícolas tratados com lodos

Metal	Taxa de aplicação anual (kg/ha/período de 365 dias)
Arsênio	2,0
Cádmio	1,9
Cobre	75
Chumbo	15
Mercúrio	0,85
Níquel	21
Selênio	5,0
Zinco	140

Fonte: CETESB (1999)

A norma estabelece também os limites de acumulação de metais no solo, calculados com base na soma das cargas, considerando-se o teor de metais no lodo e as taxas de aplicação utilizadas (Quadro 4).

A cada cinco anos de aplicação do lodo no solo, deverá ser efetuada uma determinação de metais ao longo do perfil superficial do solo, nas seguintes profundidades: 0-20 cm e de 20-40 cm. A determinação de metais na camada superficial será realizada anualmente, para os casos em que os metais forem considerados poluentes limitantes da taxa de aplicação ou a partir da data em que a taxa acumulada teórica alcançar 80 % do máximo permissível estabelecido no Quadro 4, para verificar se as aplicações subsequentes são apropriadas.

Quadro 4 – Cargas cumulativas máximas permissíveis de metais pela aplicação de lodo em solos agrícolas

Metal*	Carga máxima acumulada de metais pela aplicação do lodo (kg/ha)
Arsênio	41
Cádmio	39
Cobre	1500
Chumbo	300
Mercúrio	17
Níquel	420
Selênio	100
Zinco	2800

Fonte: CETESB (1999)

* Para o Cromo será respeitado o limite de **500 mg kg⁻¹ de solo**.

3.3 "LANDFARMING"

Segundo Tsutiya (2000), o "Landfarming" é uma alternativa de disposição final do lodo de esgoto de baixo custo e que tem por objetivo a decomposição da matéria orgânica do lodo, e consiste basicamente na mistura do lodo de esgoto com a camada de solo existente na zona arável, a qual deve ser revolvida periodicamente. Nesse sistema a área recebe altas taxas de aplicação de lodo por vários anos, e o solo passa a ser o suporte para a atividade biológica alterada, em função da aplicação do lodo, e para a retenção de metais potencialmente tóxicos.

Esse sistema pode trazer problemas de contaminação do lençol freático e das águas superficiais, se for mal projetado, uma vez que, em alguns casos, não dispõe de nenhum sistema de impermeabilização inferior. Taxas de aplicação de 300 a 600 t ha⁻¹/ano podem ser utilizadas quando há impermeabilização do solo de 60 a 80 cm de profundidade, reduzindo-se a valores de 70 t ha⁻¹/ano quando o solo não é impermeabilizado. Para a sua utilização adequada, devem ser observadas as características do lodo de esgoto, a fim de se definir a sua taxa de aplicação, a necessidade de implantação e manuseio de vegetação de cobertura, e o estabelecimento de um rigoroso controle ambiental na área (TSUTIYA, 2001).

3.4 PROPRIEDADES DOS SOLOS QUE INTERFEREM NA BIODISPONIBILIDADE, MOBILIDADE E ESPECIAÇÃO QUÍMICA DOS METAIS

3.4.1 pH

Segundo Alloway (1995), o conceito de pH não é tão preciso para o solo quanto para uma solução, devido à heterogeneidade dos solos, à proporção relativamente pequena de solução presente nos poros do solo e à adsorção dos cátions H^+ na superfície dos sólidos. Os íons H^+ são fortemente atraídos pelas superfícies de cargas negativas, tendo o poder de substituir a maioria de outros cátions.

O pH é afetado pelas trocas no potencial redox que ocorrem quando o solo se torna extremamente úmido. Condições redutoras geralmente causam um aumento de pH e a oxidação propicia o seu decaimento.

O solo possui vários mecanismos que servem para manter o tampão do pH de sua fase líquida, como íons de hidróxidos de alumínio, CO_2 , carbonatos e reações de troca de cátions. Flutuações diurnas de mais de uma unidade podem ocorrer, assim como as variações em diferentes partes de um campo.

De acordo com Berton (2000), embora a solubilidade dos metais dependa da forma em que este se encontra no solo, o pH é uma das características do solo que mais afeta essa solubilidade. À medida que o pH aumenta, a solubilidade de Cd, Cu, Hg, Ni, Pb e Zn diminui, enquanto o As, Mo e Se tornam-se mais solúveis. O Cr, no estado de oxidação 3^+ , se encontra na forma catiônica e sua solubilidade diminui com o aumento do pH.

Segundo McBride (1994), o pH do solo é a variável que controla os mecanismos de troca iônica, dissolução/precipitação, redução/oxidação, adsorção específica e as reações de complexação.

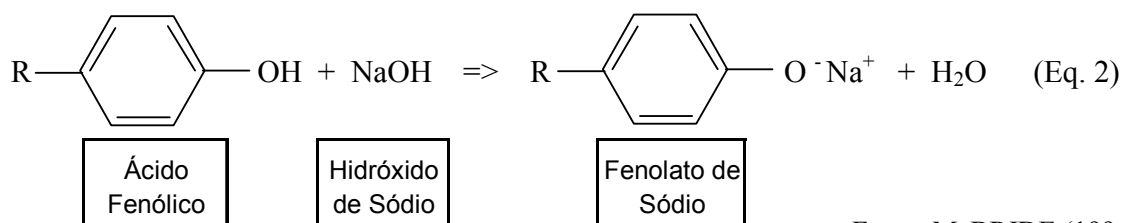
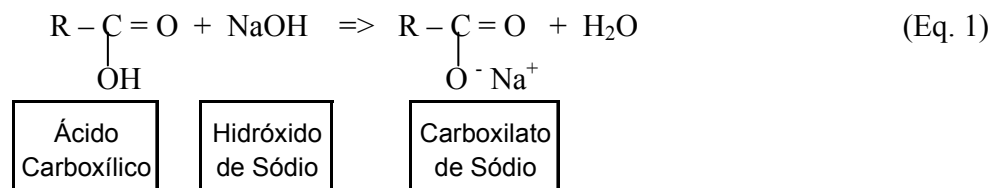
Gomes e colaboradores (2001) verificaram, em seus estudos com a competição de metais potencialmente tóxicos em solos brasileiros, que os solos mais jovens com alto pH parecem adsorver mais metais, comparados com a maioria dos solos mais antigos, sugerindo que o aumento nas formas hidrolisadas dos cátions e na Capacidade de Troca Catiônica efetiva dos solos, com o aumento no pH, é tão importante quanto a natureza do material adsorvente.

3.4.2 CAPACIDADE DE TROCA CATIONICA (CTC)

Uma parcela dos metais potencialmente tóxicos pode se apresentar como cátions na solução do solo e a sua adsorção depende da densidade de cargas negativas presentes na partículas coloidais. A fim de manter a sua eletroneutralidade, a superfície das partículas carregada negativamente é balanceada por uma igual quantidade de cátions. A troca iônica ocorre, dessa forma, entre os íons presentes na solução do solo e os íons que necessitam balancear a superfície coloidal das partículas. A troca catiônica apresenta como características a reversibilidade e a difusão controlada e, em muitos casos, existe alguma seletividade ou preferência do solo por um íon ou outro, que depende da valência do íon e do nível de hidratação deste. Quanto maior for a valência, maior é a força de reposição do íon e, quanto maior for o nível de hidratação, menor é o poder de reposição do íon (ALLOWAY, 1995). A capacidade de troca catiônica – CTC define, dessa forma, a habilidade do solo em reter e adsorver cátions.

Segundo McBride (1994), a carga negativa permanente dos argilominerais varia de zero para minerais contendo pouca ou nenhuma substituição isomórfica até valores da ordem de 150 cmol.kg^{-1} em vermiculitas. Por sua vez, óxidos e hidróxidos de Al, Fe, Mn e Si possuem pouca ou nenhuma carga permanente, sendo a sua CTC ou mesmo a sua Capacidade de Troca Aniônica – CTA - o resultado da adsorção de prótons e íons hidroxila. A superfície desses minerais é anfotérica, capaz de atuar tanto como ácido quanto como base, o que indica que a adsorção de H^+ ou OH^- nos óxidos depende do pH da solução do solo e da concentração dessas espécies químicas. A medida da relativa afinidade do H^+ ou OH^- por superfícies minerais anfotéricas é dada pelo potencial de carga zero (PCZ), o qual corresponde ao pH no qual a quantidade de cargas negativas equivale à quantidade de cargas positivas na superfície dos componentes do solo geradores de cargas.

A matéria orgânica também apresenta uma CTC dependente do pH, originada pela dissociação de ácidos orgânicos (grupos carboxílicos e fenólicos) na reação com bases (Equações 1 e 2).



Fonte: McBRIDE (1994)

Como os grupos carboxílicos se constituem em ácidos mais fortes que os fenóis, tais grupos são os principais responsáveis pela geração da CTC atribuída à matéria orgânica do solo.

3.4.3 MATÉRIA ORGÂNICA (M.O.)

De acordo com Alloway (1995), a principal característica que distingue os solos das rochas em decomposição é a presença de organismos vivos, restos orgânicos e húmus. A matéria orgânica, portanto, é constituída de uma parte viva e uma parte não viva, esta última podendo conter substâncias húmicas e não húmicas. A Figura 2 ilustra a classificação da matéria orgânica não viva do solo.

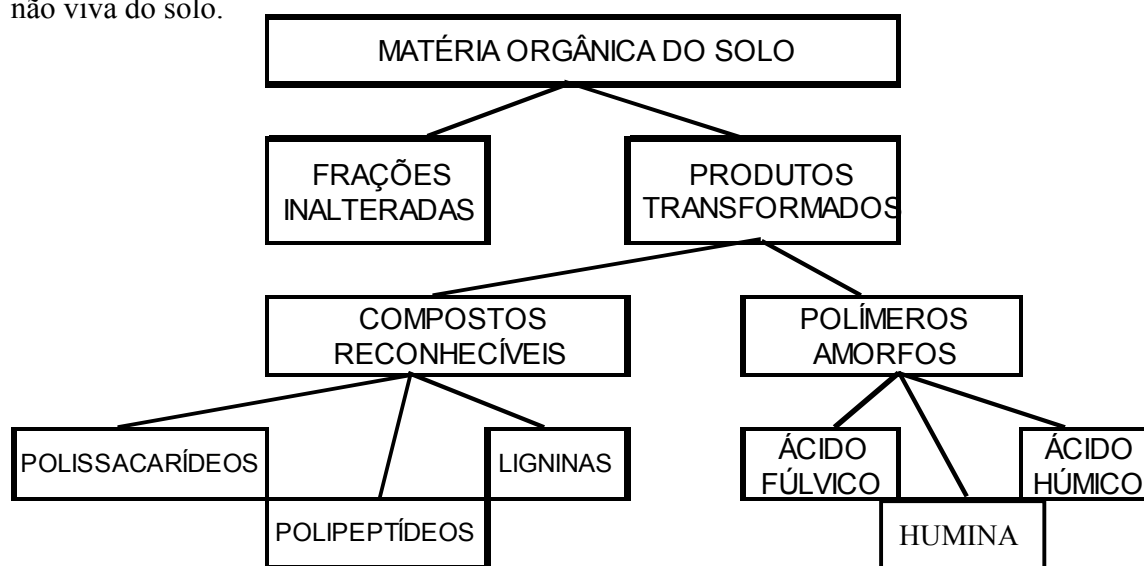


Figura 2 - Esquema de classificação da matéria orgânica do solo.

Fonte: McBRIDE (1994), modificado.

Os polímeros amorfos constituem as substâncias húmicas (SH), que correspondem a compostos de massas moleculares relativamente altas, formados por reações de síntese secundárias envolvendo microorganismos, sendo separados em termos operacionais (mas não intrinsecamente) em ácidos húmicos (AH), ácidos fúlvicos (AF) e humina. Os AH são solúveis em soluções alcalinas e insolúveis em soluções ácidas, os AFs são solúveis em qualquer valor de pH e a Humina é insolúvel a qualquer valor de pH (ALLOWAY, 1995). As substâncias húmicas perfazem 65 % da matéria orgânica dos solos, e têm um papel fundamental no controle da mobilidade e biodisponibilidade de metais potencialmente tóxicos em solos ricos em matéria orgânica.

De acordo com McBride (1994), a matéria orgânica tem uma influência extremamente importante nas propriedades físicas e químicas do solo, uma vez que:

- Proporciona a manutenção de uma boa estrutura porosa, acompanhada pelo melhoramento na capacidade de retenção de água;
- Propicia a retenção de macro e micronutrientes pela troca catiônica;
- Libera nitrogênio, fósforo, sulfato e elementos traços pela mineralização da matéria orgânica;
- Adsorve compostos orgânicos potencialmente tóxicos.

3.4.4 ARGILAS

Os constituintes minerais do solo são o resultado do intemperismo das rochas, apresentando diversas granulometrias, que podem se concentrar especialmente nas frações areia, argila e silte. Nas frações finas, que englobam o silte e principalmente a argila, se concentram os minerais mais importantes para o solo, os quais apresentam como características fundamentais o fato de serem hidroxilados (possuem água de constituição), seus cristais serem de pequeno tamanho ($< 100 \mu\text{m}$), possuírem um caráter cristalino pouco desenvolvido, composição química variável e grande superfície específica (MELFI; MONTES, 2001). Dentre os minerais que apresentam esses aspectos estão incluídos os argilominerais, os óxidos e hidróxidos de Fe e Al e os minerais não cristalinos, conforme apresentados na Figura 3, onde são mostradas as principais espécies para cada grupo dos minerais da fração argila.

Os filossilicatos ou argilominerais constituem os aluminossilicatos hidratados, apresentando uma associação de camadas formadas por folhas de tetraedros de silício e octaedros de alumínio, sendo que os diversos arranjos entre essas camadas determinam as propriedades específicas dos minerais. Os dois grandes grupos de argilominerais são os formados por uma ou por duas folhas de tetraedros associados a uma folha de octaedro (1:1 ou 2:1, respectivamente).

Os óxidos e hidróxidos de Fe e Al se constituem em minerais sem silicatos e tendem a ser encontrados especialmente nos trópicos e subtropicais, sendo muitas vezes mais abundantes que os argilominerais (McBRIDE, 1994). Ao contrário dos argilominerais, os óxidos e hidróxidos de Fe e Al não tendem a desenvolver uma carga elétrica permanente, resultante da substituição isomórfica entre cátions, apresentando geralmente uma baixa CTC. No entanto, a superfície desses minerais pode desenvolver uma carga dependente do pH.

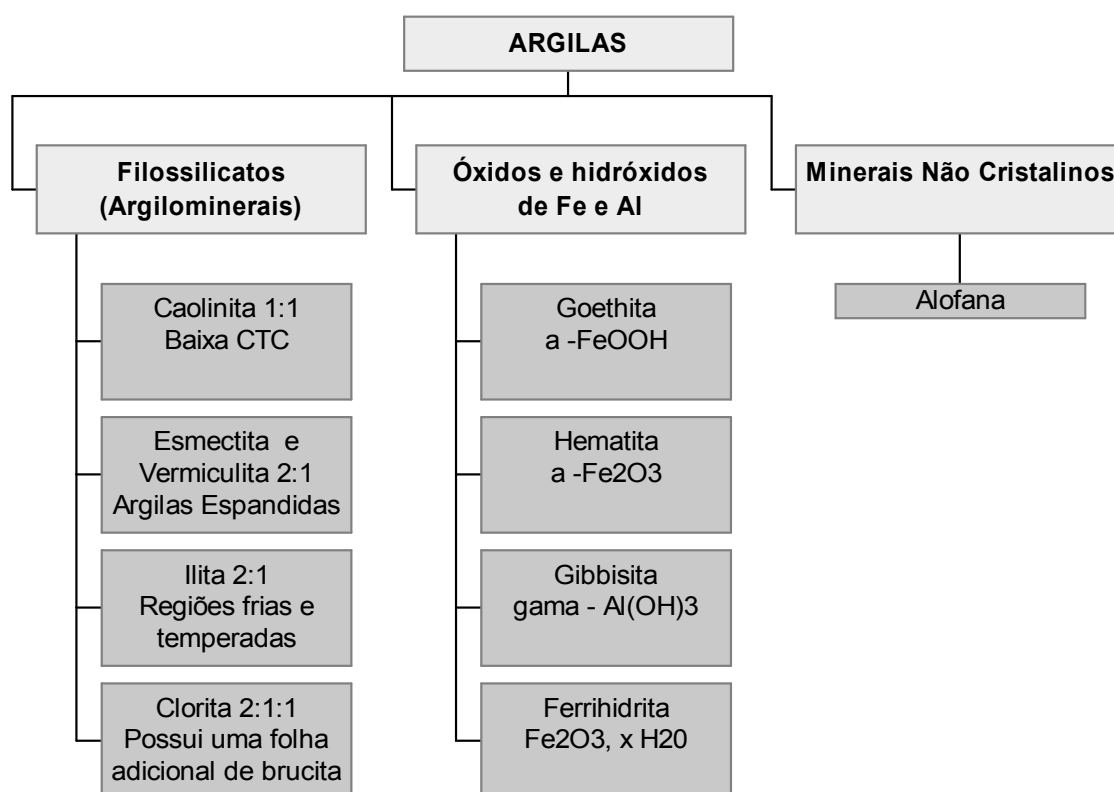


Figura 3 – Grupos de minerais secundários da fração argila.
Fonte: McBRIDE (1994), modificado.

Os Minerais não cristalinos englobam, por sua vez, as argilas amorfas, como a alofana, um aluminossilicato hidratado não cristalino, sendo excelentes retentores de água e fixadores de compostos químicos nos solos (MELFI et al, 2001).

3.4.5 ESTUDOS SOBRE A RETENÇÃO DE METAIS NO SOLO

Barry e colaboradores (1995) examinaram as características de adsorção de metais potencialmente tóxicos e de fósforo de um solo Podzólico Laterítico nos horizontes A11 (10cm de profundidade do solo), A12 (15 cm), A13 (15 cm), A2 (40 cm), A3 (40 cm) e B2 (30 cm)¹ e indicaram a importância da avaliação do perfil do solo para se avaliar a capacidade de adsorção dos elementos potencialmente tóxicos, uma vez que as afinidades pelo solo dos elementos analisados (As, Cu, Cd, Zn, Ni e P) variaram em função do horizonte: As e P tiveram maior afinidade pelo horizonte B2, com maior conteúdo de Fe, Al, e argila; o horizonte A11, com os maiores teores de matéria orgânica, tiveram grande afinidade por Cd, Ni e Cu, enquanto o Zn pareceu ser influenciado por uma combinação de matéria orgânica, argila e hidróxidos de Fe e Al, indicado por valores similares aos obtidos em A11, A12 e B2.

Wu e colaboradores (2000) investigaram a atividade do Cd, Cu, Pb e Zn na forma de íons livres e analisaram a dependência dos mesmos em relação ao pH e a outros parâmetros para dez tipos de solos, avaliando o teor de metais totais, o teor de metais extraído por HNO_3 0,43 mol.L⁻¹, pH, matéria orgânica dissolvida, CTC, alumínio e ferro extraído pelo oxalato de amônio, além de cálcio dissolvido. As principais espécies de Cd, Cu, Pb e Zn encontradas na solução do solo foram os metais livres na forma iônica e íons hidrolisados. O pH do solo exerceu grande influência na atividade dos íons Cd^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} e Zn^{2+} . Para o Cd^{2+} , outros fatores que influenciaram sua atividade, além do pH, foram o teor total de Cd no solo e a CTC; para o Cu^{2+} , a concentração de Ca^{2+} , a CTC e o carbono orgânico dissolvido; para o Pb^{2+} e o Zn^{2+} , a CTC e a concentração de Ca^{2+} . Os teores dos metais na forma iônica variaram de 0,001 % a 0,024 % do teor de metais totais no solo e, em relação ao teor de metais dissolvidos, os valores diferiram bastante em função do metal analisado. A solubilidade de Pb e Zn nos solos contaminados

¹ **Horizonte A** – Horizonte mineral, superficial ou em sequência a horizonte ou camada O ou H, de concentração de matéria orgânica decomposta e perda ou decomposição principalmente de componentes minerais. (Fe, Al e argila). **Horizonte B** – Horizonte subsuperficial de acumulação de argila, Fe, Al, Si, húmus, CaCO_3 , CaSO_4 , ou de perda de CaCO_3 , ou de acumulação de sesquióxidos; ou com bom desenvolvimento estrutural.(EMBRAPA, 1999).

estudados foram diretamente proporcionais ao pH, enquanto a solubilidade de Cd e Cu foram predominantemente relacionadas ao teor total desses elementos no solo.

Araújo e colaboradores (2002) avaliaram quais parâmetros dentre carbono orgânico, CTC efetiva, pH, argila, alumínio total e concentração de ferro melhor descreviam a adsorção de metais em solos intemperizados, além de identificar a relação entre esses parâmetros e os atributos químicos, físicos e mineralógicos de 12 classes de solos no Brasil. Das seis variáveis estudadas, cinco variáveis (com exceção do Fe) foram as que mais contribuíram com a adsorção de metais no solo: para o cobre, o carbono orgânico e teor de argila; para o chumbo, somente o teor de argila; para o zinco e o cádmio, o carbono orgânico, a argila e a CTC efetiva. Observou-se, de um modo geral, que a redução da matéria orgânica dos solos pelo uso agrícola pode provocar queda acentuada na adsorção dos metais.

3.5 METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS – TERMINOLOGIAS

Segundo Alloway (1995), o termo “Metais Pesados” é o mais amplamente reconhecido e utilizado para uma grande variedade de elementos com densidade maior que 6 g.cm^{-3} . No entanto, esse termo não é considerado satisfatório do ponto de vista químico, uma vez que alguns elementos químicos como As e Se não são metais, mas um metalóide e um não metal, respectivamente. Além disso, esse termo tem sido utilizado pejorativamente com ênfase apenas na poluição e toxicidade dos elementos, desconsiderando-se sua importância econômica e ambiental.

Outro termo bastante utilizado é o de “Metais Tóxicos”, mas este também apresenta restrições, uma vez que alguns metais são essenciais às plantas e aos animais, sendo tóxicos apenas em concentrações excessivas. Berton (2000) destaca que os metais Cu, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn, são essenciais às plantas, o Co às bactérias fixadoras de nitrogênio e o Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo e Zn, aos animais.

Um termo de utilização cada vez mais freqüente é o “elemento potencialmente tóxico”, uma vez que leva em consideração as propriedades nocivas que esses metais e metalóides podem apresentar (ALLOWAY, 1995), dependendo de suas concentrações no ambiente, no solo, na água ou em qualquer outro resíduo.

Dessa forma, o termo “metais potencialmente tóxicos” será utilizado ao longo desse trabalho para designar os seis metais pesquisados (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn).

3.6 ORIGEM DOS METAIS NO SOLO E NO LODO

De acordo com Singh e Steinnes (1994), os metais potencialmente tóxicos presentes nos solos são derivados do intemperismo do material rochoso ou de numerosas fontes externas de contaminação. Para alguns metais, como o chumbo, a contaminação por outras fontes pode frequentemente exceder a contribuição de fontes naturais.

As fontes antropogênicas da contaminação de solos e águas com metais potencialmente tóxicos são apresentados na Figura 4.

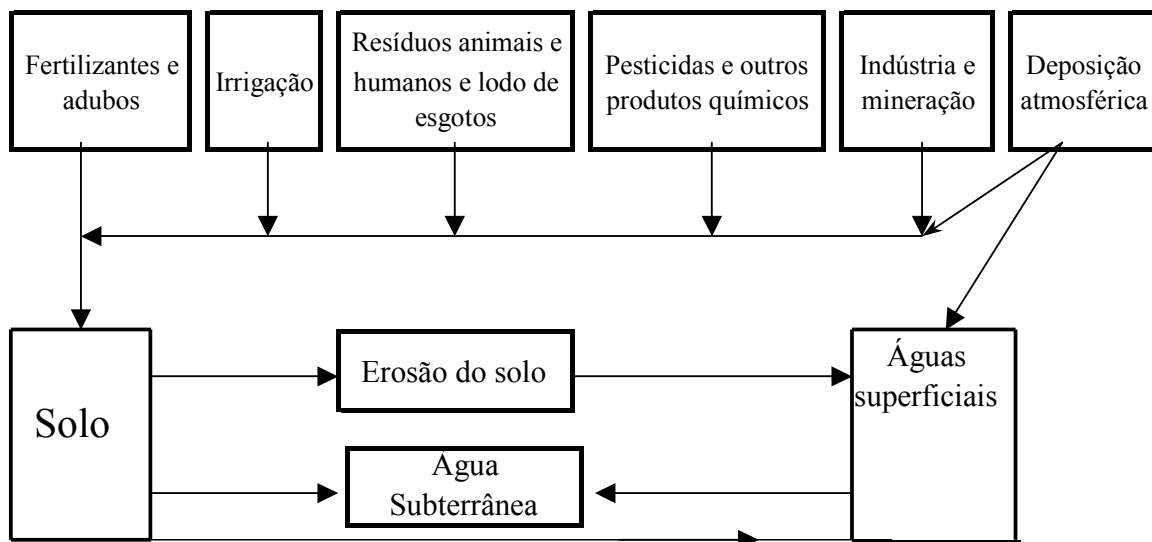


Figura 4 – Fontes antropogênicas da contaminação de metais em solos e águas.
Fonte: SINGH e STEINNES (1994).

A origem dos metais potencialmente tóxicos presentes no lodo de esgotos é apresentado no Quadro 5. Esses metais são geralmente oriundos de fontes industriais, estando presentes também em efluentes de origem sanitária, mas em concentrações inferiores.

Quadro 5 - Principais metais encontrados nos lodos sanitários provenientes de atividades industriais

METAL	Origem	Micronutriente necessário	Fitotóxico acima de certos limites
Cádmio (Cd)	Indústrias de tratamento de superfícies metálicas, plásticos, fabricação de radiadores, borracha, pigmentos, etc.	Não	Sim
Cobre (Cu)	Canalizações de água quente, fábrica de fios elétricos, radiadores de automóveis e tratamento de superfícies metálicas.	Sim	Sim
Zinco (Zn)	Produtos farmacêuticos, fábrica de tintas, borracha, pilhas elétricas, galvanização.	Sim	Sim
Níquel (Ni)	Fábricas de ligas de aço especiais, recobrimento de superfícies metálicas por eletrólise; hidrogenação de óleos e substâncias orgânicas, tintas, cosméticos.	Sim	Sim
Mercurio (Hg)	Produtos farmacêuticos, fungicidas, aparelhos elétricos e eletrônicos, tintas, pasta de papel, fabricação de cloretos de vinil.	Não	Sim
Cromo (Cr)	Curtumes, fabricação de ligas especiais de aço, tratamento de superfícies metálicas.	Sim	Sim
Chumbo (Pb)	Fabricação de baterias, tintas, escoamento pluvial de vias públicas, canalizações.	Não	Sim

Fonte: ANDRED (1998) apud FERNANDES (1999).

Os metais podem se apresentar em diversas formas no solo, tais como íons simples ou complexados na solução do solo, íons facilmente trocáveis, ligados organicamente, ocluídos ou co-precipitados com óxidos metálicos, carbonatos, fosfatos e outros minerais secundários e como íons na estrutura dos cristais de minerais primários (LAKE et al., 1984).

3.7 CARACTERÍSTICAS DOS METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS

3.7.1 CÁDMIO (Cd)

É o segundo elemento do Grupo II B da tabela periódica, com número atômico 48, massa atômica 112,41 e valência 2^+ (APHA, 1998).

O cádmio (Cd) é um metal relativamente raro, sendo o 67º na ordem de abundância dos elementos. Não apresenta função biológica essencial, sendo altamente tóxico a plantas e animais. No entanto, as concentrações de Cd normalmente encontradas no meio ambiente não causam toxicidade aguda. Apresenta um tempo de meia-vida no solo que pode variar de 15 a 1100 anos. O maior perigo para o ser humano é a sua acumulação crônica nos rins, onde pode causar disfunção, se a concentração no córtex do rim exceder 200 mg.kg^{-1} de seu peso úmido. O alimento se constitui na principal rota pelo qual o Cd entra no corpo, mas o tabaco e exposições a fumaças de CdO também são importantes fontes do metal. Suas principais utilizações industriais são nas galvanizações e na fabricação de baterias, pigmentos de tintas e em ligas com vários outros metais. (ALLOWAY, 1995).

Segundo McBride (1994), o Cd é um metal calcófilico, associado geoquimicamente ao zinco em sulfetos minerais de rochas. Condições oxidantes de intemperismos nas rochas liberam o Cd como Cd solúvel e na forma iônica. O cátion de Cd^{2+} é mais solúvel que o de Zn^{2+} em soluções oxidantes ácidas, sendo considerado um cátion de média a alta mobilidade em solos ácidos bem drenados. Sua alta mobilidade é atribuída ao fato de ser mais fracamente adsorvido à matéria orgânica, argilas e óxidos, a menos que o pH esteja acima de 6. Em pH acima de sete o Cd^{2+} pode co-precipitar com CaCO_3 ou precipitar como CdCO_3 , além dos fosfatos de Cd. Em geral, concentrações de Cd excedentes a $0,5 \text{ } \mu\text{g.g}^{-1}$, em solos, são consideradas a evidência de sua poluição.

No esgoto o Cd provém de várias fontes, incluindo excretas humanas, produtos domésticos contendo Zn, águas de chuva contendo partículas de borracha de pneu e vários efluentes industriais, sendo que quase todo o cádmio se acumula no lodo produzido. As principais espécies de Cd na solução do solo são Cd^{2+} (o mais abundante), CdCl^+ , CdOH^+ , CdHCO_3^+ , CdCl_3^- , CdCl_4^{2-} , $\text{Cd}(\text{OH})_3^-$ e $\text{Cd}(\text{OH})_4^{2-}$, junto a complexos orgânicos e CdSO_4 . Solos contendo CaCO_3 livre podem adsorver o Cd e reduzir a sua biodisponibilidade. Além disso, o Cd pode

formar complexos solúveis muito estáveis com ligantes Cl^- , o que pode propiciar um decréscimo na adsorção e acréscimo na mobilização do Cd em solos com altas concentrações desses íons (ALLOWAY, 1995).

3.7.2 CROMO (Cr)

É o primeiro elemento no grupo VI B da tabela periódica, com número atômico 24, massa atômica 51,99 e valência variando de 1^+ a 6^+ . O Cromo (Cr) é utilizado em ligas, galvanoplastia e pigmentos. Compostos cromatados são freqüentemente adicionados à água de refrigeração para o controle da corrosão. O Cr é considerado não essencial às plantas, mas é essencial aos animais. Compostos hexavalentes têm-se mostrado carcinogênicos pela inalação, sendo corrosivos aos tecidos do aparelho respiratório (APHA, 1998).

O metal do cromo é cinza e quebradiço, e pode ser altamente polido. É resistente ao ataque pela oxidação, sendo dessa forma resistente à corrosão (McGRATH, 1995).

O Cr é descrito como um elemento imóvel nos solos. Ocorre potencialmente no estado de oxidação 3^+ como cátion Cr^{3+} e no estado de oxidação 6^+ como CrO_4^{2-} . Todavia, as condições do solo geralmente favorecem a primeira forma, que se constitui em um cátion muito imóvel que se complexa fortemente com a matéria orgânica e é adsorvido quimicamente em óxidos e silicatos de argila, mesmo com baixo pH. Além disso, o Cr^{3+} prontamente substitui o Fe^{3+} em estruturas minerais e se precipita como $\text{Cr}(\text{OH})_3$ insolúvel a um pH elevado. Em pH elevado, uma pequena fração do Cr^{3+} no solo pode ser oxidado a cromato, CrO_4^{2-} , uma forma muito tóxica do cromo. Esta oxidação é promovida por óxidos de Mn. O cromato é adsorvido menos fortemente que o Cr^{3+} , sendo a mobilidade e biodisponibilidade desse ânion maiores. No entanto, se o poluente contendo cromato é aplicado aos solos, a maioria é espontaneamente reduzido a Cr^{3+} , especialmente sob condições ácidas e com a matéria orgânica presente (McBRIDE, 1994).

3.7.3 COBRE (Cu)

O cobre (Cu) é o primeiro elemento do grupo IB da tabela periódica, com número atômico 29, massa atômica 63,54 e a valência variando de 1^+ a 2^+ . Esse metal é largamente empregado em instalações elétricas, coberturas, ligas, pigmentos, utensílios de cozinha, tubulações e também na

indústria química. Os sais de cobre são utilizados nos sistemas de abastecimento de água para controle do crescimento biológico em reservatórios e tubos de distribuição (APHA, 1998).

O Cu é considerado um elemento essencial às plantas e animais. Alguns de seus compostos são tóxicos para ingestão ou inalação. A FAO - Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação - estabelece que a concentração limite de cobre na água de irrigação não deve exceder 200 ug.L^{-1} (APHA, 1998). Esse elemento é classificado como calcófilo, próprio de sua tendência de se associar com sulfetos e minerais muito insolúveis, como o Cu_2S e o CuS . Em solos reduzidos, portanto, esse metal tem uma baixa mobilidade (McBRIDE, 1994).

A ocorrência do cobre nas partículas e na solução do solo é quase exclusivamente como cátion divalente. Todavia, a redução do Cu^{2+} (cúprico) para Cu^+ (cuproso) e Cu^0 (metálico) é possível sob condições redutoras, especialmente se íons sulfetos e haletos estão presentes para estabilizar o Cu^+ (McBRIDE, 1994). Enquanto o Cu^{2+} é o íon dominante na solução do solo em condições ácidas, a solução do solo sob uma grande faixa de pH contém várias formas de Cu incluindo o Cu^{2+} , CuSO_4 , Cu(OH)_2 , CuCO_3 , Cu^+ , CuCl , $\text{Cu(Cl}_2\text{)}^-$ e numerosos complexos orgânicos. A disponibilidade desse metal para as plantas se refere à disposição com que o $[\text{Cu(H}_2\text{O)}_6]^{2+}$ é adsorvido pelas plantas em solos ácidos e o Cu(OH)_2 em solos neutros e alcalinos (BAKER; SENFT, 1995). O teor total de cobre total nos solos inclui os íons solúveis e complexos orgânicos e inorgânicos na solução do solo; complexos orgânicos estáveis no húmus; Cu trocável; Cu adsorvido por hidróxidos de Mn, Fe e Al; Cu adsorvido no complexo coloidal argila-húmus; ligação do Cu às estruturas do cristal em solos minerais.

Segundo McBride (1994), a maioria dos colóides do solo, como os óxidos de Mn, Al e Fe, os argilominerais e o húmus, adsorvem fortemente o Cu^{2+} , aumentando conforme a elevação do pH. Para solos com alta acumulação de cobre, a precipitação como hidróxido cúprico, óxidos ou hidróxi-carbonatos é possível em pH superior a seis. Os complexos orgânicos do cobre são mais fortes que qualquer outro metal divalente de transição, além de apresentarem uma labilidade muito baixa, limitando a biodisponibilidade. Devido a essa alta afinidade do Cu^{2+} por colóides do solo, o cobre é designado como um elemento de baixa mobilidade em solos próximos à neutralidade. Em solos mais alcalinos, enquanto a solubilidade do Cu^{2+} livre é extremamente baixa, complexos solúveis de Cu^{2+} , como hidróxidos, carbonatos e complexos com a matéria orgânica, se formam e aumentam a solubilidade total do Cu.

Uma vez que o cobre passa a ser fitotóxico acima de determinadas concentrações, além de ser um metal comumente abundante em alguns tipos de efluentes domésticos e industriais, ele é freqüentemente o primeiro elemento a ser limitado na aplicação de lodo de esgoto no solo.

3.7.4 NÍQUEL (Ni)

O Níquel (Ni) é o terceiro elemento do grupo VIII na tabela periódica, com número atômico 28, massa atômica 58,69 e uma valência mais comum de 2^+ e menos comum de 1^+ , 3^+ e 4^+ . O Ni é usado em ligas, ímãs, baterias e catalisadores. A FAO recomenda para águas de irrigação um nível máximo de 200 ug.L^{-1} de Ni (APHA, 1998).

Com base em modelos de estabilidade termodinâmica, o NiFe_2O_4 é a espécie química mais provável de ocorrer na fase sólida do solo. Em condições ácidas e redutoras, os sulfetos de Ni controlam a concentração de Ni na solução do solo. O NiOH^+ e o Ni^{2+} são os íons mais formados em pH acima de 8, enquanto em solos ácidos Ni^{2+} , NiSO_4 e NiHPO_4 são importantes, dependendo das concentrações de SO_4^{2-} e PO_4^{3-} . Em solos que sofreram incorporação de lodo de esgoto, a fração orgânica assume uma grande importância (McGRATH, 1995).

De acordo com McBride (1994), o Ni^{2+} é quase tão eletronegativo quanto o Cu^{2+} , o que favorece, junto com a sua estrutura eletrônica, a formação de complexos com a matéria orgânica. A bioacumulação do Ni no húmus é marcante e, assim como o Cu^{2+} , a ligação do Ni^{2+} a ligantes orgânicos contendo nitrogênio e enxofre é favorecida. Como o menor dos cátions metálicos divalentes de transição, o Ni^{2+} acessa facilmente camadas octaédricas dos argilominerais e co-precipita prontamente com óxidos de Fe e Mn no solo. A adsorção química do níquel em óxidos, aluminossilicatos não cristalinos e argilominerais é favorecida em pH acima de seis, mas o baixo pH favorece a formação do Ni trocável e solúvel. Além disso, sob condições redutoras, o Ni^{2+} é incorporado a sulfetos que restringem a mobilidade do metal a níveis muito baixos. Altos níveis de matéria orgânica em solos ricos em Ni podem solubilizar o Ni^{2+} com complexos orgânicos, pelo menos em pH mais elevado.

3.7.5 CHUMBO (Pb)

O Chumbo (Pb) é o quinto elemento do grupo IV A da tabela periódica, cujo número atômico é 82, massa atômica 207,19 e valência 2^+ e 4^+ . É utilizado em baterias, tubos, pigmentos, inseticidas, ligas, munição e soldas. O Pb é um elemento não essencial às plantas e animais, sendo tóxico pela ingestão, comportando-se como um veneno cumulativo no organismo (APHA, 1998), podendo também ser derivado do escapamento de veículos.

O Pb pode entrar nos solos por diversas fontes e seu tempo de residência é tão longo que pode ser considerado como permanente no solo. Geralmente, a sua solubilidade e mobilidade, e mesmo a sua biodisponibilidade, são baixas, contudo, em muitos ambientes, as concentrações são suficientemente altas para apresentar um risco potencial à saúde, especialmente próximo às indústrias e às grandes cidades (DAVIES, 1995).

Nos solos, o Pb existe principalmente no estado de oxidação 2^+ . É fortemente calcofílico, ocorrendo primariamente como PbS nas rochas e se tornando muito insolúvel em solos reduzidos, devido à sua precipitação pelo sulfeto gerado pela redução do sulfato. Grupos sulfidrílicos, se presentes no húmus, complexam fortemente com o Pb^{2+} . Sob condições oxidantes, o íon Pb^{2+} se torna menos solúvel conforme o aumento do pH. O pH elevado favorece a complexação do Pb com a matéria orgânica, a adsorção química em óxidos e argilominerais, bem como a precipitação com carbonatos, hidróxidos e fosfatos. Em solos alcalinos, a solubilidade pode aumentar pela formação de complexos orgânicos solúveis com o Pb. O íon Pb^{2+} apresenta uma alta afinidade por óxidos de Mn, talvez devido à oxidação provocada, pelo Mn, do Pb^{2+} a Pb^{4+} , um íon muito insolúvel (McBRIDE, 1994).

O Pb é considerado o menos móvel dos metais potencialmente tóxicos no solo, especialmente sob condições redutoras ou não ácidas, complexando fortemente com a matéria orgânica. Dessa forma, a maior parte do Pb no solo parece não estar disponível às plantas no seu topo, uma vez que a adsorção de Pb pelas plantas se concentra nas raízes.

Segundo Davies (1995), ao contrário do trabalho de identificação da fonte e do levantamento da quantidade de Pb no solo, o conhecimento sobre a química e especiação do Pb no solo é limitada. Os principais compartimentos para o Pb no solo estão na solução do solo, nas superfícies de adsorção dos complexos de troca argila-húmus, na forma precipitada, ligada aos óxidos secundários de Fe e Mn, complexada ao húmus do solo e silicatos.

3.7.6 ZINCO (Zn)

O zinco (Zn) é o primeiro elemento do grupo II B da tabela periódica, com número atômico 30, massa atômica 65,38 e valência 2^+ . O Zn é usado em um grande número de ligas metálicas tais como bronze e latão, em baterias, fungicidas e pigmentos. Esse elemento é essencial às plantas e animais, mas em níveis elevados é tóxico a algumas espécies de vida aquática. De acordo com a FAO, a concentração de Zn nas águas de irrigação não deve exceder a 2 mg.L^{-1} (APHA, 1998). Este metal pode ser considerado, junto com o Cd, como um metal muito móvel e biodisponível, podendo se acumular nas culturas agrícolas e nos animais superiores.

O Zn aparece mais comumente no suprimento de água doméstica pela deteriorização do ferro galvanizado e pela liberação de zinco do latão. Em tais casos o Pb e o Cd também podem estar presentes, por serem impurezas do zinco utilizadas na galvanização. A presença desse elemento na água também pode ser resultante da poluição por efluentes industriais. Como um elemento calcófilico, o zinco tende a ocorrer como um sulfeto mineral. O estado de oxidação 2^+ é o único possível no solo. Em solos ácidos e oxidados, este metal apresenta uma mobilidade média, permanecendo na forma trocável nas argilas e na matéria orgânica. Em pH elevado, todavia, a adsorção em óxidos e aluminossilicatos e a complexação com húmus diminuem muito a solubilidade do Zn. Conseqüentemente, a sua mobilidade em solos neutros é muito baixa. Se o solo for levemente alcalino, mesmo que a atividade do íon Zn^{2+} seja extremamente baixa, os complexos orgânicos de Zn podem se tornar solúveis e aumentar a sua mobilidade. Em solos muito alcalinos, os ânions de hidróxido de zinco que se formam podem aumentar a solubilidade (McBRIDE, 1994).

Ainda de acordo com o mesmo autor, em solos contaminados com altos níveis de Zn, a precipitação de óxido, hidróxido ou hidrocarbonato de Zn pode limitar a solubilidade do metal em pH acima de seis. Já em ambientes redutores, a liberação do Zn^{2+} resultante da dissolução dos óxidos de Fe pode, inicialmente, aumentar a disponibilidade do Zn, mas a sua mobilidade é posteriormente restringida pela extrema insolubilidade do ZnS. Sob condições ácidas e oxidantes, o zinco é um dos metais traços mais solúveis e móveis, pois este não complexa fortemente com a matéria orgânica em pH baixo.

De acordo com Kiekens (1995), a quantidade total de Zn no solo é distribuída entre as formas de íons livres Zn^{2+} e complexos orgânicos com o Zn em soluções do solo; Zn adsorvido e trocável na fração coloidal do solo, em compostos de argilas, em compostos húmicos e em hidróxidos de Fe e Al; minerais secundários e complexos insolúveis na fase sólida do solo.

Comparando-se com a média de Zn total contido no solo, na ordem de 50 mg.kg^{-1} , a concentração de Zn na solução do solo é muito baixa. Abaixo de pH 7,7 o Zn^{2+} é a espécie predominante; acima desse pH o ZnOH^+ prevalece, e em pH acima de 9,1 a espécie neutra Zn(OH)_2 é predominante. O Zinco também forma complexos com cloreto, fosfato, nitrato e sulfato. Os complexos de ZnSO_4 e ZnHPO_4 são os que mais contribuem para aumentar significativamente o teor de Zn em solução (KIEKENS, 1995).

Sumariamente, as espécies de Zn que significativamente contribuem para o Zn inorgânico total na solução do solo são:

$$\text{Zn inorg} = [\text{Zn}^{2+}] + [\text{ZnOH}^+] + [\text{Zn(OH)}_2^0] + [\text{ZnHPO}_4^0]$$

Todavia, o Zn pode também estar presente na solução do solo como espécies orgânicas, uma vez que os Ácidos Fúlvicos, em especial, formam quelatos com os íons de Zn, sobre uma larga faixa de pH, aumentando a solubilidade e mobilidade do Zn.

3.8 MECANISMOS DE ADSORÇÃO DE METAIS NO SOLO

A mobilidade e a biodisponibilidade de metais potencialmente tóxicos nos solos são controladas por complexas interações desses metais com a fase líquida ou sólida do solo, que incluem a complexação dos metais com vários ligantes orgânicos e inorgânicos, reações de oxidação e redução, reações de adsorção e troca iônica, além da dissolução e precipitação. (Singh e Steinnes, 1994). Dessa forma os sistemas do solo e da água são inter-relacionados por meio de uma complexa rede, e qualquer mudança em um dos sistemas pode causar uma grande variação no outro.

Camargo (2003) divide as reações que ocorrem com os metais no solo em quatro: precipitação, dissolução, adsorção e oxi-redução. Segundo esse autor, as reações de precipitação e dissolução ainda são pouco estudadas em âmbito nacional. Embora todos os processos sejam

importantes, as reações de adsorção/dessorção são as que mais freqüentemente comandam a geo/biodisponibilidade dos elementos traços no ambiente. A reação de adsorção pode ser não específica (troca iônica), do tipo específica, ou corresponder à complexação do metal com a matéria orgânica do solo. O mecanismo da **troca iônica** foi explicado no **item 3.4.2**, relacionado à Capacidade de Troca Catiônica do solo.

3.8.1 ADSORÇÃO ESPECÍFICA

Além da troca iônica, os cátions metálicos podem ser imobilizados no solo por reações de adsorção mais seletivas e menos reversíveis, tais como a complexação com grupos funcionais orgânicos e a ligação em minerais de carga variável. Em relação ao segundo tipo de adsorção, esta pode ocorrer em aluminossilicatos não cristalinos, óxidos e hidróxidos de Fe, Al e Mn, e em menor extensão nos argilominerais, provendo sítios de superfície para a adsorção de metais. Todos esses minerais apresentam em comum um radical OH^- ou H_2O de valência não satisfeita, ligado a um íon metálico, geralmente Fe^{3+} , Al^{3+} ou $\text{Mn}^{3+, 4+}$ (McBRIDE, 1994).

As principais características da adsorção específica que a diferenciam da troca iônica são as seguintes:

- Na reação de ligação do metal ao mineral, há liberação de íons H^+ em número idêntico ao da valência do cátion metálico adsorvido;
- Alto índice de especificidade, demonstrado pela adsorção de um determinado metal por um determinado mineral;
- Tendência à irreversibilidade da reação, ou pelo menos uma taxa de dessorção bem inferior à taxa de adsorção;
- Mudança na carga de superfície dos minerais medida em direção a um valor mais positivo.

A reatividade dos metais aos minerais é limitada pelo tipo e número de grupos terminais de valência não satisfeita na superfície desses minerais. Os aluminossilicatos não cristalinos e os óxidos não cristalinos possuem um grande número de grupos de valência insatisfeita, devido à sua desordem estrutural, podendo adsorver mais metais (McBRIDE, 1994).

3.8.2 COMPLEXAÇÃO ORGÂNICA

O alto nível de seletividade mostrado pela matéria orgânica para certos metais significa que os grupos funcionais da matéria orgânica se complexam diretamente a esses metais, apresentando assim as mesmas características da adsorção específica dos minerais. Ligações iônicas e ligações covalentes são formadas nesses complexos.

A seletividade dos grupos funcionais pelos metais depende de uma série de fatores, que incluem a natureza química dos ligantes orgânicos; o nível de adsorção na matéria orgânica; o pH no qual a adsorção é realizada; a força iônica da solução na qual a adsorção ocorre, determinando a intensidade de competição de outros cátions pelos sítios de complexação.

O Quadro 6 apresenta a ordem de seletividade dos metais divalentes pela matéria orgânica do solo, baseada no valor de eletronegatividade desses cátions.

Quadro 6 – Ordem de afinidade dos metais divalentes pela matéria orgânica do solo, relacionada à eletronegatividade

Seqüência de Afinidade	Cu > Ni > Pb > Co > Ca > Zn > Mn > Mg							
Eletronegatividade (Pauling)	2,00	1,91	1,87	1,88	1,00	1,65	1,55	1,31

Fonte: McBRIDE (1994).

A constante de estabilidade dos quelatos com os metais tende a seguir a seguinte ordem decrescente: Cu > Fe = Al > Mn = Co > Zn (ALLOWAY, 1995).

Os principais grupos funcionais que se apresentam na matéria orgânica do solo são os grupos carboxílicos, fenólicos, aminos, carbonil e sulfidril. Destes, os dois primeiros são os mais abundantes (McBRIDE, 1994). Os grupos carboxílicos têm uma importância relevante na complexação dos metais, tanto com os ácidos fúlvicos quanto com os ácidos húmicos. A quantidade máxima de ligação de um metal à matéria orgânica do solo é aproximadamente igual ao número de grupos carboxílicos ali presentes (ALLOWAY, 1995).

3.8.3 PRECIPITAÇÃO E CO-PRECIPITAÇÃO

Para a maior parte dos elementos mais abundantes encontrados nos solos, tais como Al, Fe, Si, Mn, Ca e Mg, a precipitação é comum e pode controlar a solubilidade desses elementos.

Para os demais metais, no entanto, a precipitação é menos comum que a adsorção, devido à menor concentração desses metais no solo. A precipitação para esses metais pode ocorrer somente em altas concentrações (McBRIDE, 1994). Portanto, quando as condições físico-químicas e as concentrações de determinados íons são suficientemente altas, muitos metais podem formar precipitados insolúveis, limitando dessa forma a solubilidade desses íons.

Segundo Alloway (1995), a co-precipitação é definida como a precipitação simultânea de um agente químico em conjunto com outros elementos por diversos mecanismos, sendo que os tipos de sólidos formados geralmente incluem argilas minerais de Fe e Mn e Calcita, na qual a substituição isomórfica tenha ocorrido. O Quadro 7 apresenta os metais que são co-precipitados com os minerais nos solos.

Quadro 7 - Metais normalmente co-precipitados com os minerais secundários nos solos

Mineral	Metais co-precipitados
Óxidos de Fe	V, Mn, Ni, Cu, Zn, Mo
Óxidos de Mn	Fe, Co, Ni, Zn, Pb
Carbonatos de Ca	V, Mn, Fe, Co, Cd
Argilas minerais	V, Ni, Co, Cr, Zn, Cu, Pb, Ti, Mn, Fé

Fonte: SPOSITO (1983) apud ALLOWAY (1995)

3.8.4 REAÇÕES DE OXIDAÇÃO E REDUÇÃO

Os solos estão sujeitos a variações constantes no seu estado de oxi-redução, o que afeta a solubilidade dos metais potencialmente tóxicos. As reações de oxi-redução causam, nos solos, uma apreciável redistribuição dos elementos, tanto por meio da dissolução de minerais quanto pela precipitação. O equilíbrio dessas reações é controlado pela atividade de elétrons livres no meio aquoso, o que pode ser expresso pelo potencial redox (E_h). O E_h corresponde dessa forma à tendência da solução do solo a doar ou receber elétrons de espécies químicas ou eletrodos introduzidos na solução; valores elevados de E_h favorecem a existência de espécies químicas oxidadas, enquanto valores mais baixos favorecem espécies reduzidas (ALLOWAY, 1995, McBRIDE, 1994).

O potencial redox influencia sobremaneira o pH do solo: condições redutoras geralmente causam um aumento no pH, uma vez que a maioria das reações de redução consome H^+ , enquanto a oxidação proporciona uma redução no pH (ALLOWAY, 1995; McBRIDE, 1994). Em solos reduzidos, o pH do solo fica geralmente tamponado com valores entre 6 e 7, devido às reações do CO_2 na solução do solo como carbonato ou bicarbonato. No entanto, em solos aerados com pH maior que 7, como no caso de solos calcários e sódicos, as reações de redução geralmente abaixam o pH em direção a 7, uma vez que os íons metálicos que se tornaram solúveis pela redução podem precipitar com carbonatos, hidróxidos ou sulfetos, gerando prótons que substituem aqueles consumidos pela redução.

Na ausência de oxigênio livre, os microrganismos facultativos anaeróbios são capazes de utilizar espécies químicas oxidadas tais como o nitrato, reduzindo-o a N_2 , o que corresponde à desnitrificação. Nessa fase a solubilidade do Fe e Mn são elevadas, mas limitadas pela precipitação como carbonatos insolúveis, se o pH do solo não for muito baixo.

Em condições de anaerobiose prolongadas no solo ocorre a redução do sulfato a sulfeto, precipitando o Fe e outros metais como sulfetos insolúveis e, dessa forma, a solubilidade dos metais nessas condições tende a se reduzir muito.

3.8.5 COMPETIÇÃO NO SOLO PELA ADSORÇÃO DE METAIS

De acordo com McBride (1994), a eletronegatividade é um importante fator na determinação de quais metais são adsorvidos com mais preferência, e nesta base, a ordem deveria ser $Cu > Ni > Co > Pb > Cd > Zn > Mg > Sr$. Por outro lado, se a capacidade dos metais para serem adsorvidos se baseasse apenas na eletrostática, as ligações mais fortes deveriam ser formadas pelos metais com maior relação carga/raio iônico, o que produziria uma ordem diferente para os mesmos metais, a saber: $Ni > Mg > Cu > Co > Zn > Cd > Sr > Pb$.

Elliott e colaboradores (1986), estudaram a adsorção competitiva de Cd, Cu, Pb e Zn presentes em soluções de $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ de hipoclorito de sódio, as quais foram aplicadas em quatro tipos de solos distintos. Para dois tipos de solos minerais, argila calcária arenosa e argila calcária siltosa, a adsorção dos metais sob condições ácidas seguiu a sequência $Pb > Cu > Zn > Cd$, o qual corresponde à ordem crescente do K_s (produto de solubilidade) dos íons metálicos. Para os solos contendo de 20 a 40 g de carbono orgânico por kg de solo a ordem foi: $Pb > Cu >$

Cd > Zn, sugerindo que a matéria orgânica aumenta a retenção de Cd em preferência ao Zn. A extração da matéria orgânica do solo em que ocorrera uma diminuição da CTC do solo propiciou uma redução considerável da adsorção dos quatro metais. No entanto, somente a adsorção do Cd e do Cu foram reduzidas, no caso em que o solo, que manteve uma CTC razoável, teve uma redução no teor de matéria orgânica. Em solos com grande capacidade de adsorção inorgânica, a adsorção de Pb mostrou-se relativamente inalterada, mesmo com a adição de matéria orgânica ao solo.

Gomes e colaboradores (2001) conduziram um estudo para avaliar a sequência de seletividade e a adsorção competitiva de seis metais potencialmente tóxicos, em sete solos brasileiros com diferentes características químicas e mineralógicas. As sequências mais comuns de afinidade de adsorção de metais pela fase sólida foram Cr>Pb>Cu>Cd>Zn>Ni e Pb>Cr>Cu>Cd>Ni>Zn. Cromo, chumbo e cobre foram os cátions metálicos mais fortemente adsorvidos por todos os solos, enquanto cádmio, níquel e zinco foram os menos adsorvidos, em uma situação de competição entre esses metais. A sequência de seletividade se relacionou com a valência para o caso do Cr³⁺, enquanto para os demais metais com menor valência, as sequências não seguiram exatamente a ordem de eletronegatividade, podendo ter sido influenciados pelo parâmetro de Misono, que mede a habilidade dos cátions metálicos em formar complexos fortes de acordo com a sua habilidade em formar ligações covalentes e pelas propriedades de hidrólise desses cátions metálicos. As características do solo que podem ter afetado a adsorção de metais foram pH e CTC para cádmio, cromo, níquel e chumbo; carbono orgânico, argila e gibbsita para o cobre.

3.9 ESTUDOS SOBRE OS EFEITOS DA APLICAÇÃO DE LODO DE ESGOTO NAS PROPRIEDADES DO SOLO

Sposito et al (1982) realizaram o fracionamento sequencial de amostras de dois tipos de solos de regiões áridas que receberam durante quatro anos aplicações de lodo anaeróbio no estado líquido ou sólido, ambos corrigidos com cal, para Ni, Cu, Zn, Cd e Pb. As taxas de aplicações foram de 0; 22,5; 45 e 90 t.ha⁻¹ano⁻¹. Tais solos receberam plantações de cevada e sorgo. O teor total dos cinco metais analisados, extraídos de amostras digeridas por HNO₃ 4 mol L⁻¹ à 80 °C, para os dois tipos de solo, foi uma função do teor total de metais presentes no lodo aplicado e da

taxa de aplicação do lodo. A acumulação de metais nas camadas superficiais foi menor no solo que recebeu o lodo no estado líquido, ao contrário do solo que recebeu o lodo no estado sólido, possivelmente devido a uma menor redução na densidade de grãos do solo resultantes da aplicação do lodo no estado líquido. O fracionamento seqüencial estimou as quantidades de metal na forma trocável, adsorvida, ligada à matéria orgânica, a carbonatos e a sulfetos. A percentagem do teor de metais totais na forma trocável e adsorvida foi muito baixa, estando entre 1,1 % e 3,7 % para todos os metais. A aplicação do lodo tendeu a reduzir a fração ligada a sulfetos e a aumentar a fração orgânica e carbonatada para todos os metais. Para a taxa de aplicação de lodo mais alta, as formas predominantes dos metais foram: Ni, ligado a sulfetos; Cu, ligado à matéria orgânica; Zn, Cd e Pb, ligados a carbonatos. Análises químicas mostraram que quase toda a acumulação de metais resultantes da aplicação de lodo se concentrava na camada de 0 a 15 cm.

Tsalidas et al. (1985) estudaram a influência da aplicação de lodo de esgoto em algumas propriedades físicas e químicas do solo e no crescimento de trigo e milho. Os resultados mostraram que a aplicação do lodo influenciou significativamente o pH, a matéria orgânica, a condutividade elétrica e o fósforo lábil do solo. O pH aumentou e tendeu a permanecer próximo à neutralidade, enquanto a matéria orgânica, a condutividade elétrica e o fósforo lábil aumentaram com o incremento na taxa de aplicação de lodo.

Em relação aos metais analisados Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e Zn, somente o Cu e o Zn aumentaram em termos de metais totais, enquanto as concentrações de Cd, Cu, Ni e Zn aumentaram significativamente pela extração por DTPA (metais potencialmente biodisponíveis), sendo que as concentrações de Fe e Mn foram reduzidas, mostrando uma forte relação com o pH do solo.

No fracionamento seqüencial observou-se que o Cr, Ni, Cu e Pb extraídos pelo NaOH (ligados à matéria orgânica), EDTA (precipitados com carbonatos) e HNO₃ (residual) aumentaram significativamente com o aumento da taxa de aplicação do lodo, enquanto as respectivas formas de Zn e Pb não foram afetadas.

Todos os metais extraídos pelo DTPA, exceto o Fe, foram correlacionados significativamente com a concentração de metais na matéria seca do trigo, enquanto para o milho os resultados foram variáveis.

Bertoncini (1997), estudando a mobilidade de metais potencialmente tóxicos em solos de diferentes classes texturais tratados com lodo de esgoto, concluiu que a mobilidade dos metais Cd, Zn, Cr, Cu, Ni, Ca e Mg no solo esteve, na maioria dos casos, em torno de 1 % do total de

lodo adicionado. A contribuição dos óxidos de Fe e Al do solo foi notável na retenção de Cu, Cr e Ni. O Zn não apresentou mobilidade em nenhum solo e com nenhuma das soluções utilizadas, incluindo-se a água, em decorrência dos elevados valores de pH e do aumento no teor de matéria orgânica devido ao lodo. A participação da matéria orgânica mostrou-se fundamental também na retenção de Cd, Cr e principalmente Cu. Além disso, a adição de lodo de esgoto proporcionou a elevação nos valores de pH, soma das bases e nos teores de C, P e Ca dos solos. Porém, o desbalanceamento na composição química do resíduo ocasionou desequilíbrio nas relações Ca/Mg, percentual de Ca/CTC e na salinidade dos solos, indicando que, além dos metais potencialmente tóxicos, também o balanceamento na composição química do resíduo deve ser considerada.

Também Bertoncini (2002) estudou o comportamento dos metais Cd, Cr, Cu, Ni e Zn em latossolos tratados repetidamente com lodo de esgoto e verificou, na extração sequencial, que o Cd, Ni e Zn foram preferencialmente retidos pelos carbonatos, indicando que a diminuição do pH ao longo do tempo aumentaria a mobilidade e disponibilidade desses elementos. O Cr, Cu, Ni e Zn foram retidos principalmente na fração orgânica, apesar da caracterização dos ácidos húmicos presentes no lodo de esgoto haver revelado um baixo grau de humificação do lodo, com menores quantidades de grupos carboxila e de radicais livres e maiores quantidades de grupos fenólicos, propiciando uma baixa expressividade da matéria orgânica na elevação da CTC dos solos tratados com o lodo.

Pigozzo (2003) aplicou lodo de esgoto sem neutralização num latossolo vermelho amarelo distrófico de textura média (LV), em quatro safras agrícolas de milho, com taxas de aplicação de 0,6; 20; 40; 60 e 80 t.ha⁻¹ em base seca, para análise do teor de metais totais e biodisponíveis. As amostras de solo foram coletadas nas profundidades de 5, 20, 40 e 60 cm. Após 30, 60, 90 e 120 dias de incorporação de lodo ao solo foram colhidas cinco plantas para análises. A aplicação do lodo de esgoto causou no solo: redução dos valores de pH e aumento nos teores de CTC; aumento nos teores totais de Cd, Cr, Ni, Pb, Cu e Zn; aumento nos teores disponíveis de Fe, Mn, Cu e Zn. Além disso, o lodo de esgoto proporcionou o aumento na produção de matéria seca e na produção de grãos, juntamente com o aumento nos teores e quantidades absorvidas dos metais potencialmente tóxicos nas plantas e grãos. Não foi constatada mobilidade dos metais Cd, Cr, Ni, Pb, Cu e Zn nas profundidades analisadas do solo durante o tempo do experimento. De acordo com os limites estabelecidos pela Norma P 4.230 da CETESB para o teor máximo de metais no

solo, o Pb atingiria primeiro esse limite no tempo de 9 e 115 anos, para aplicações anuais de 80 t.ha⁻¹ e de 6 t.ha⁻¹, respectivamente. Ressaltou-se na pesquisa a necessidade de estudos complementares com maior tempo de duração, a fim de se obterem respostas mais conclusivas em relação à mobilidade dos metais analisados.

3.9.1 TEORIA DO PLATÔ x TEORIA DA BOMBA RELÓGIO

De acordo com Chang e colaboradores (1997), duas hipóteses são propostas para descrever a fitodisponibilidade de metais potencialmente tóxicos presentes em lodos de esgotos aplicados em solo: a Teoria do Platô e a Teoria da Bomba Relógio.

A Teoria do Platô afirma que a capacidade de adsorção de metais do solo, proporcionada pela aplicação do lodo, permanecerá a mesma enquanto os metais estiverem presentes no solo; dessa maneira, a concentração de metais presente nos tecidos da planta atingirá um patamar com o aumento da carga de lodo aplicada ao solo, permanecendo nesse platô mesmo após o término dessa aplicação.

A hipótese da Teoria da Bomba Relógio, por sua vez, postula que a capacidade de adsorção do metal pelo solo é aumentada, inicialmente, devido à adição de matéria orgânica presente no lodo de esgotos, mas que no decorrer do tempo, com a mineralização da matéria orgânica, essa capacidade do solo diminui, atingindo os níveis de adsorção iniciais (antes da aplicação do lodo), liberando os metais em formas mais solúveis, como uma bomba relógio.

Ainda Chang e colaboradores (op. cit.), avaliando a concentração de Cd em um tipo de acelga suíça cultivada em um solo que recebeu lodo de esgotos, verificou que as condições necessárias, tanto para a Teoria do Platô quanto para a Teoria da Bomba Relógio, foram satisfeitas, mas não ficou evidente, após dez anos de experimento, qual das teorias prevalecia.

3.10 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DOS METAIS TOTAIS E BIODISPONÍVEIS

As principais etapas geralmente utilizadas no preparo de amostras para a determinação do teor de metais, por Espectrometria de Absorção Atômica são: secagem, moagem, pesagem, digestão e diluição. A digestão é uma das etapas mais importantes no preparo das amostras e corresponde basicamente à dissolução de uma amostra sólida em meio ácido e a posterior

extração dos metais ali presentes. Os principais fatores que influenciam a digestão das amostras são temperatura, pressão, quantidade da amostra, características da amostra, tamanho dos grãos e os agentes oxidantes utilizados na digestão.

Diversos ácidos minerais (HCl , HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4), e suas misturas, vêm sendo utilizados na dissolução e extração de metais potencialmente tóxicos do solo. Eles não dissolvem silicatos ou a sílica completamente, mas são vigorosos o suficiente para dissolverem os metais não ligados ao silicato do solo. O metal extraído dessa digestão é denominado de metal pseudo-total, pois corresponde à maioria do teor total encontrado no solo (URE, 1995).

Além dos metais pseudo-totais, a determinação do teor de metais biodisponíveis pode ser de fundamental importância, pois é na forma biodisponível que os metais adquirem mobilidade e podem contaminar plantas, animais e seres humanos, além da possibilidade de lixiviação para o lençol freático. A extração do teor de metais biodisponíveis pode ocorrer por dissolução da amostra de solo em meio brandamente ácido ou, então, por meio de reagentes complexantes.

Prezotto et al. (2001) realizaram uma revisão sobre a eficiência dos métodos de avaliação de extratores inorgânicos, orgânicos e de um modelo de especiação iônica da solução do solo e concluíram que ainda não existe extrator que tenha uma boa correlação com as quantidades fitodisponíveis para todos os metais potencialmente tóxicos existentes no lodo de esgoto, verificando, assim, a necessidade de se padronizar os métodos de análise para maximizar os resultados obtidos em condições de solos ácidos, ricos em óxidos de ferro, alumínio e manganês.

Berton e colaboradores (1997) encontraram alta correlação ($R^2 > 0,95$) entre as quantidades de Zn e Cu extraídas pelo DTPA, com as quantidades acumuladas na parte aérea do milho, em três solos do estado de São Paulo que receberam adição de até 100 Mg.ha^{-1} (base seca) de lodo de esgoto, com ou sem adição de carbonato de cálcio para elevação do pH para seis. Entretanto, os coeficientes desses tratamentos para o Ni não passaram de 0,47. A eficiência desses extratores depende do tipo de solo e da espécie vegetal empregada.

No estudo sobre extratores para a determinação de teores solúveis e totais de metais em solos contaminados, Bertoncini (1997) verificou que o extrator $\text{HCl } 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ foi efetivo na extração das quantidades solúveis de metais em todos os solos.

3.11 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE METAIS POTENCIALMENTE TÓXICOS NO SOLO

Os métodos de extração sequenciais têm por objetivo determinar as formas químicas dos metais potencialmente tóxicos encontradas no solo (LAKE e colaboradores, 1984). De acordo com Berton (2000), o termo especiação indica a distribuição dos elementos entre suas várias formas químicas e físicas e possíveis estados de oxidação.

Os metais potencialmente tóxicos podem se apresentar no solo na forma residual; trocável; fixada pelos minerais do solo; precipitada com outros componentes; na biomassa e complexada com a matéria orgânica, sendo a Extração Sequencial, também denominada Fracionamento Sequencial, uma forma de se estudar essa distribuição dos metais no solo. Em geral, utiliza-se uma seqüência de extratores cada vez mais fortes para retirar os metais das diversas frações do solo. Por esta metodologia assume-se que os metais mais facilmente extraídos são os mais disponíveis às plantas (BERTON, 2000). O Quadro 8 apresenta algumas metodologias propostas para a extração sequencial utilizadas por pesquisadores no Brasil.

Quadro 8 – Métodos de extração sequencial utilizados por diversos autores

Método de extração sequencial	Fração Solúvel	Fração Trocável	Fração Orgânica	Fração redutível	Carbonatos	Residual
Sposito e colaboradores. (1982)	KNO ₃	NaOH			Na ₂ EDTA	HNO ₃
Tessier e colaboradores (1979)	MgCl ₂	H ₂ O ₂ + CH ₃ COONH ₄	NH ₂ OH.HCl + CH ₃ COOH		CH ₃ COONa	HF/HClO ₄
Ahnstrom e Parker, (1999)	Sr(NO ₃)	NaOCl 5 %	C ₂ H ₈ N ₂ O ₄ + C ₂ H ₂ O ₄ .2H ₂ O + C ₆ H ₈ O ₆		CH ₃ COONa	HCl/HNO ₃

Fonte: SHUMAM, L (1991) e AHNSTROM.Z.;PARKER, D. (1999)

McLaren (1998) destaca que as técnicas de fracionamento sequencial apresentam algumas limitações, uma vez que poucos reagentes usados em tais procedimentos são completamente

seletivos para as formas particulares dos metais e a quantidade de metais extraída pode ser muito dependente das condições de extração, como pH, temperatura, tamanho da partícula, condições da mistura ácido-amostra, tempo de extração. No entanto, o autor destaca que, em comparação com a concentração total de metais, o fracionamento seqüencial pode prover uma avaliação da contaminação do solo por metais muito mais útil, estimando-se o potencial de biodisponibilidade e mobilidade dos metais nos solos contaminados. Além disso, a distribuição proporcional de metais entre as diferentes frações do solo pode ser usada para distinguir solos contaminados de não contaminados.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 LOCALIZAÇÃO E DESCRIÇÃO DO EXPERIMENTO

O experimento foi montado em Limeira, cidade localizada na região oeste do Estado de São Paulo, situada nas coordenadas 22°33'53" de Latitude Sul e 47°24'06" de Longitude Oeste, no interior do Centro Superior de Educação Tecnológica – CESET/UNICAMP, onde foi utilizada uma série de seis protótipos de fibra de vidro de 1,20 m de altura por 1,0 m de diâmetro, preenchidos até a profundidade de 1,0 m com solo do tipo franco argiloso (Figura 5). A análise granulométrica do solo e a sua caracterização foram realizadas por Nascimento (2002).

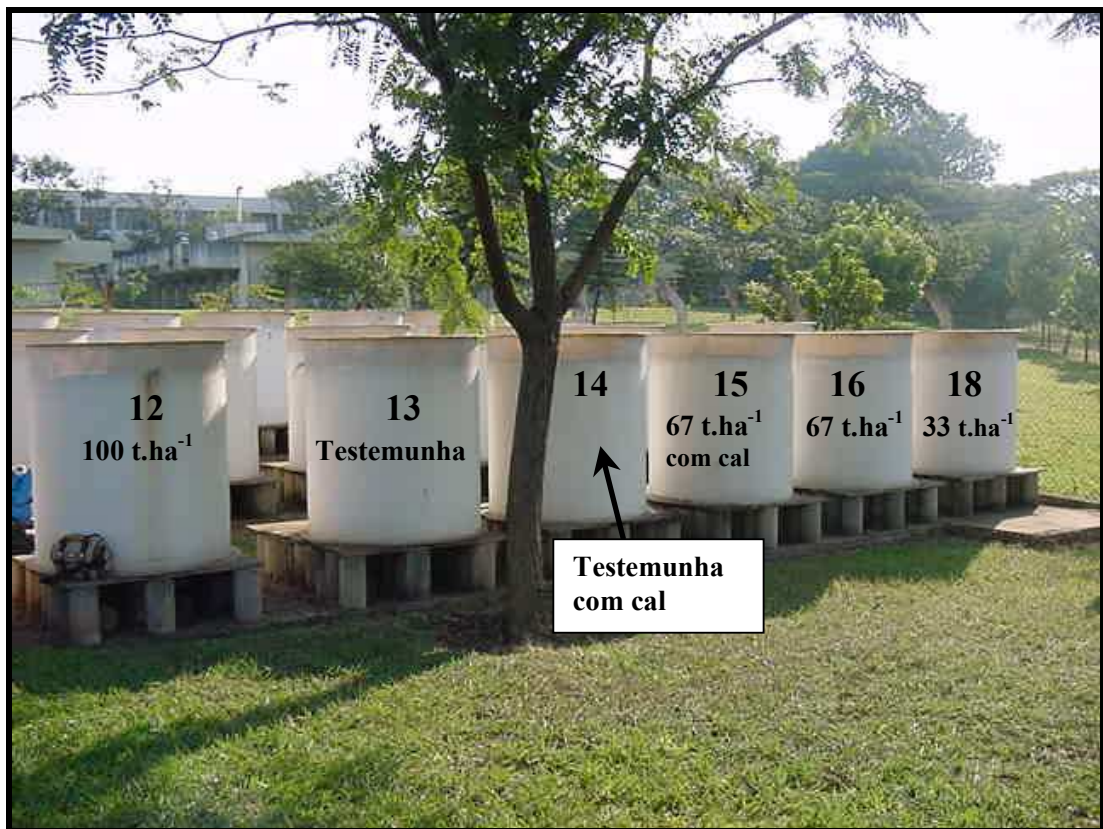


Figura 5 – Vista dos protótipos utilizados no experimento

O aparato experimental utilizado compõe-se de um conjunto de 18 protótipos montados no ano 2000, que foram destinados inicialmente a outras pesquisas, incluindo a análise da presença de patógenos no solo e no líquido infiltrado no solo, após aplicação de lodo de esgoto

(PIRES, 2003), e avaliação da concentração de nitrogênio e fósforo no líquido infiltrado no solo, após aplicação de lodo de esgoto (NASCIMENTO, 2002). Essas pesquisas ocorreram ao nível de doutorado e mestrado, respectivamente, sendo financiadas pela FAPESP².

O solo contido na série dos seis protótipos utilizados no presente experimento havia sofrido aplicações regulares de lodo de esgoto, a cada quarenta dias aproximadamente, com base nos ensaios respirométricos de Bartha, de março de 2000 a outubro de 2001, tendo permanecido em repouso por 20 meses até a sua reutilização no presente experimento. Não ocorreu qualquer tipo de renovação ou reposição de solo, tendo sido realizada dessa forma uma caracterização inicial do solo antes da nova incorporação de lodo. Destaca-se também que os protótipos permaneceram expostos ao tempo durante todo esse período.

Na Figura 5 observa-se que cada um dos protótipos apresenta características diferentes uns dos outros, em função da taxa de aplicação do lodo no solo adotada na presente pesquisa e da ausência ou presença de calagem do solo, esta última realizada **apenas nas pesquisas anteriores**, mencionadas acima.

Foram adotadas três taxas de aplicação de lodo no solo: 100, 67 e 33 t.ha⁻¹, além da presença de dois protótipos testemunhas. A aplicação do lodo foi realizada em uma única etapa em 26 de junho de 2003, sendo incorporado aos primeiros cinco centímetros da camada de solo por revolvimento da mistura solo-lodo. Destaca-se que a adição de cal, apenas no protótipo de 67 t.ha⁻¹, foi determinada nas pesquisas anteriores, quando a taxa de aplicação adotada no protótipo era de 5 t.ha⁻¹/aplicação.

No interior dos protótipos se encontram instalados coletores de drenagem livre às profundidades de 0,25; 0,50 e 0,75 m a partir da superfície do solo (Figura 6), além do coletor de fundo.

Os coletores de drenagem livre são compostos por um “cap” de 100 ou 150 mm (no caso dos coletores das profundidades de 0,50 e 0,75 m), sobre o qual foi colocada uma grelha plástica recoberta com um tela de nylon com malha 1 mm. Acima desta grelha foi depositada uma camada de areia grossa para evitar o carreamento de partículas de solo junto ao percolado. Na parte superior, foi instalado um prolongamento de PVC de 10 cm, o qual foi preenchido com solo, para aumentar a área de captação de água (NASCIMENTO, 2002; PIRES, 2003).

² Esses trabalhos foram publicados pela UNICAMP e podem ser encontrados no sítio: www.bae.unicamp.br.



Figura 6 – Vista dos coletores de drenagem livre antes do preenchimento com solo.
Fonte: NASCIMENTO (2002).

Aos coletores de drenagem livre estão conectados registros, instalados entre o piso de concreto e o fundo dos protótipos suspensos, para a coleta do líquido infiltrado. Os protótipos encontram-se suspensos a aproximadamente 0,30 m do solo (Figura 7).



Figura 7 – Registro dos coletores de drenagem livre.

4.2 ORIGEM DO LODO DE ESGOTO

O lodo utilizado no experimento foi gerado na Estação de Tratamento de Esgotos de Jundiaí - ETEJ, pertencente à Companhia de Saneamento de Jundiaí – CSJ, onde o efluente é inicialmente conduzido a lagoas aeradas, que recebem uma vazão média de $60.000 \text{ m}^3.\text{dia}^{-1}$, apresentando um TDH de 4 dias. Em seguida os esgotos são conduzidos às lagoas de decantação, com um TDH de 1 dia, onde se separa o efluente tratado do lodo gerado na unidade de tratamento anterior. Nessa etapa o lodo passa a sofrer um processo de estabilização, sendo posteriormente conduzindo à centrífuga para desaguamento, com o auxílio de polieletrólitos, com a conseqüente redução de volume. São gerados cerca de $200 \text{ t}.\text{dia}^{-1}$ de lodo em base úmida (após a desidratação na centrífuga), o que corresponde a aproximadamente $36 \text{ t} \text{ dia}^{-1}$ em base seca. Por fim o lodo é conduzido a leitos de secagem, permanecendo em média por 60 dias para reduzir a umidade e completar a estabilização do lodo, sem adição de cal, até sua utilização em áreas de reflorestamento e cultivo de cana-de-açúcar, já no estado sólido¹.

As águas residuárias afluentes à ETEJ são compostas tanto por efluentes domésticos quanto industriais, estes últimos oriundos de mais de 200 indústrias da região.

Algumas características do lodo gerado na ETEJ são apresentadas no Capítulo 5, item 5.1.

4.3 METODOLOGIA DE APLICAÇÃO DO LODO DE ESGOTO NO SOLO

A quantidade de lodo (em volume) aplicada a cada protótipo foi calculada em função da taxa de aplicação de lodo definida para os protótipos, da densidade aparente e da umidade do lodo. Os cálculos são demonstrados a seguir:

a) Dados iniciais do protótipo

Diâmetro útil para aplicação do lodo – $D = 1 \text{ m}$

$$\text{Área útil de aplicação} - A = \frac{\pi \times D^2}{4} = 0,79 \text{ m}^2$$

¹ Informações obtidas no sítio da CSJ: www.saneamento.com.br (fluxograma da ETE). As demais informações foram obtidas junto à funcionária Tatiana Russo, durante visita técnica à ETEJ em junho de 2003.

b) Determinação da densidade aparente do lodo

Em uma cápsula de porcelana com volume conhecido (50 mL) obteve-se uma quantidade de lodo em massa correspondente àquele volume, obtendo-se a densidade pela razão entre a massa e o volume do lodo, em g.mL^{-1} .

c) Determinação da umidade do lodo

$$w = \frac{M_{su} - M_{ss}}{M_{su}} \times 100$$

w – Umidade do lodo, em %;

M_{su} – Massa do lodo nas condições de campo, em g;

M_{ss} – Massa do lodo seco em estufa a 105°C até valor constante, em g.

d) Cálculo da quantidade de lodo a ser adicionada aos protótipos

$$V = \frac{TA \times 0,079}{d \times \left(1 - \frac{w}{100}\right)}$$

V – Volume de lodo adicionado ao solo, em L;

TA – Taxa de Aplicação do lodo, em t.ha^{-1} ;

d - Densidade aparente do lodo, em g.mL^{-1} ;

w – Umidade do lodo, em %.

Com a finalidade de obter amostras líquidas nos coletores de drenagem livre, durante os meses mais secos do ano, os protótipos foram irrigados quinzenalmente com água, após avaliação do total precipitado no período, utilizando-se da estação pluviométrica instalada no interior do CESET, a fim de que o volume total de água adicionado aos protótipos chegasse pelo menos a 75 L, valor próximo à média do volume precipitado nos meses mais secos dos anos de 2001 e 2002.

4.4 METODOLOGIA DE COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO

Foram programadas cinco coletas de amostras de solo nos protótipos, a primeira realizada antes da incorporação do lodo ao solo e as demais após essa incorporação, nos meses de julho, setembro e dezembro de 2003 e fevereiro de 2004, este último mês correspondendo ao término da pesquisa de campo, para maior dedicação à pesquisa laboratorial.

A amostragem do solo foi realizada de forma composta, em pelo menos quatro pontos de cada protótipo, tendo as amostras sido coletadas nos seguintes intervalos de profundidade: 0-0,05; 0,05-0,25; 0,25-0,50; 0,50-0,75 e 0,75-1,00 m, para os seis protótipos, utilizando-se um trado helicoidal de aço carbono, de comprimento total de 1,00 m e comprimento da parte helicoidal de 0,20 m (Figura 8).

As amostras coletadas foram armazenadas por até seis meses em sacos plásticos de PEDB e refrigeradas à temperatura de 4° C, segundo metodologia da EMBRAPA (1997). Na primeira e na quinta coletas, parte das amostras de solo (coletadas em duplicata), nos perfis de solo de 0 a 0,05 m e 0,05 a 0,25 m de profundidade, foi congelada a aproximadamente -20° C, para realização posterior do Fracionamento Sequencial.

A caracterização granulométrica do solo que preenche os protótipos encontra-se na parte referente aos anexos, item 9, e foi realizada por Nascimento (2002) utilizando-se o Método M6-61 do DER-SP, referente à “Análise granulométrica de solos por peneiração e sedimentação (Processo do densímetro)”, enquanto a textura do solo foi determinada utilizando-se o “Triângulo para determinação das classes texturais”, ambos descritos por Medina (1975).



Figura 8 – Trado helicoidal para coleta de solos.

4.5 METODOLOGIA DE COLETA DO LÍQUIDO PERCOLADO NO SOLO

Para a coleta do líquido infiltrado no solo e armazenado nos coletores de drenagem livre, foram utilizados frascos plásticos previamente descontaminados de metais e de compostos orgânicos e inorgânicos, utilizando-se ácido nítrico - HNO_3 a 50 % em volume, e após a coleta as amostras foram imediatamente acidificadas com mesma solução utilizada na descontaminação, sendo refrigeradas ainda em campo para posterior análise quanto ao teor de metais potencialmente tóxicos (Figura 9).



Figura 9 – Coleta de líquido percolado armazenado nos coletores de drenagem livre.

4.6 ANÁLISE DOS METAIS PSEUDO TOTAIS NO SOLO E NO LODO

Para a análise de metais pseudo totais, obteve-se de cerca de duas gramas de solo previamente seco em estufa à temperatura de 40°C , em duplicata, e a partir daí procedeu-se a digestão do solo com 20 mL de ácido nítrico – HNO_3 6 mol.L⁻¹, em tubos de micro Kjeldahl, no bloco digestor à temperatura de 70°C , por um período de seis a oito horas. Outras duas metodologias de digestão foram testadas para cinco amostras, a primeira utilizando-se uma combinação de ácido nítrico e ácido clorídrico concentrados, e a segunda com uma combinação de ácido nítrico e peróxido de hidrogênio concentrados. Os resultados obtidos nas três

metodologias foram semelhantes, e a partir daí optou-se por utilizar a digestão apenas com HNO_3 .

Em seguida, os resíduos foram suspensos em 10 mL de HNO_3 $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ e, após o resfriamento, o solo digerido foi separado do sobrenadante utilizando-se uma membrana filtrante de $0,45 \mu\text{m}$ de porosidade, com o auxílio de uma bomba a vácuo, sendo esse sobrenadante transferido para um balão volumétrico de 50 ou de 100 mL, dependendo da quantidade filtrada, e armazenado por fim em frascos de polietileno de alta densidade previamente descontaminados. A partir daí, procedeu-se à análise da amostra em Espectrômetro de Absorção Atômica por chama - FAAS (TALBOT, 1983, BARRETTO, 1999).

As membranas filtrantes utilizadas na filtração foram previamente descontaminadas com ácido nítrico a 10 % em volume, permanecendo em meio ácido por pelo menos 4 horas. Foram utilizadas amostras “Branco”, apenas contendo o ácido, para avaliação do potencial de contaminação dessas membranas. Os balões volumétricos, os tubos de micro Kjeldahl e os frascos de polietileno também foram descontaminados, com ácido nítrico a 50 % em volume.

4.7 ANÁLISE DOS METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS NO SOLO

Foram utilizadas duas metodologias para a análise dos metais potencialmente biodisponíveis: digestão do solo utilizando-se ácido clorídrico HCl $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ à temperatura ambiente (25°C) e a utilização do DTPA – Ácido Dietileno Triamino Pentaacético, como extrator.

4.7.1 DIGESTÃO COM ÁCIDO CLORÍDRICO - HCl $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$

Para a realização dessa digestão obteve-se cerca de cinco gramas de solo previamente seco em estufa à 40°C , em duplicata, em frascos de poliestireno de 150 mL, adicionando-se em seguida 30 mL de HCl $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$, homogeneizando-se a solução por 5 minutos e deixando-a em repouso por 16 horas à temperatura ambiente. Em seguida filtrou-se a amostra por meio de uma membrana de $0,45 \mu\text{m}$ de porosidade, com o auxílio de uma bomba a vácuo, transferindo-se o sobrenadante para um balão de 50 mL, armazenando-o em frasco de polietileno de alta

densidade. A partir daí, procedeu-se à análise do solo digerido no FAAS. Esta técnica libera os metais tóxicos associados às fases orgânica e inorgânica do sedimento, com um ataque mínimo à matriz geológica (PAES, 1996, BARRETTO, 1999).

Da mesma forma que na digestão dos metais pseudo totais, toda a vidraria utilizada, além dos frascos de polietileno e as membranas filtrantes, foram descontaminados com ácido nítrico.

4.7.2 EXTRAÇÃO COM DTPA (ÁCIDO DIETILENO TRIAMINO PENTAACÉTICO)

Para a execução dessa extração foram utilizadas cerca de cinco gramas de amostra de solo previamente seco em estufa à 40° C, em duplicata, em frasco de poliestireno de 150 mL, adicionando-se, em seguida, 10 mL de uma solução composta por 0,005 mol.L⁻¹ de DTPA, 0,01 mol.L⁻¹ de CaCl₂.2H₂O e 0,1 mol.L⁻¹ de TEA (Trietanolamina), ajustada para um pH de 7,30 ± 0,05 por meio da adição de ácido clorídrico HCl a 50 % em volume. Os frascos foram cobertos com filme de PVC, mantendo-os sob agitação por um período de duas horas com o auxílio de um agitador mecânico a uma velocidade de 120 ciclos por minuto. Em seguida filtrou-se a amostra utilizando-se uma membrana de 0,45 µm, armazenando-a em frasco de polietileno. Procedeu-se então a análise do solo digerido no FAAS (LINDSAY, 1978).

4.8 ANÁLISE DOS METAIS PSEUDO-TOTAIS NO LÍQUIDO PERCOLADO

Procedeu-se à transferência de 50 a 100 mL da amostra para um tubo de digestão (tipo micro kjeldahl), dependendo da quantidade de amostra obtida em campo, adicionando-se 5 mL de ácido nítrico concentrado. A digestão da amostra foi realizada em bloco digestor à temperatura de 70° C, por um período de seis a oito horas. Quando necessário, foi adicionado mais ácido até se obter uma turbidez menor da amostra. Filtrou-se então a amostra em membrana de 0,45 µm de porosidade, transferindo-a para um balão de 50 mL e realizando-se por fim a análise no FAAS (APHA, 1995).

4.9 DETERMINAÇÃO DA CAPACIDADE DE TROCA CATIÔNICA DO SOLO

A Capacidade de Troca Catiônica – CTC a ser determinada é a **efetiva**, composta pela adição do valor da acidez trocável à soma de cátions trocáveis ($\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{K}^+ + \text{Na}^+$). A determinação dos parâmetros acima relacionados seguiu metodologia da EMBRAPA (1998).

4.9.1 ACIDEZ TROCÁVEL

A análise foi iniciada com a obtenção de cerca de 5 g de solo, em duplicata, e sua transferência para frascos de poliestireno de 75 mL, adicionando-se 50 mL de cloreto de potássio - KCl 1 mol.L⁻¹; em seguida agitou-se a amostra manualmente duas vezes durante cinco minutos, deixando-a em repouso durante 30 minutos.

A amostra foi então filtrada em papel de filtro tipo Whatman nº 42, de 5,5 cm de diâmetro, adicionando-se duas porções de 10 mL de KCl 1 mol.L⁻¹. Em seguida foi adicionado ao filtrado 6 gotas de fenolftaleína a 0,1 %, titulando-se por fim a amostra com hidróxido de sódio - NaOH 0,242 mol.L⁻¹, até o aparecimento da cor rosa. A acidez trocável foi então calculada pela fórmula a seguir:

$$AT = \frac{V \times N \times M}{100} \times 10$$

AT = Acidez Trocável, em mmol.kg⁻¹;

V = Volume de NaOH gasto na titulação, em mL;

N = Concentração do NaOH , em mol.L⁻¹;

M = Massa da amostra, em g.

Dos valores obtidos no experimento foi descontado o valor do “branco” analítico, para a obtenção do resultado final.

4.9.2 DETERMINAÇÃO DE $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$

Obteve-se uma porção de solo, cerca de 7,5 g, em duplicata, colocando-se a amostra em frasco de poliestireno de 150 mL, e adicionando-se 75 mL de solução de KCl 1 mol.L⁻¹. Posteriormente os copos plásticos foram vedados com filme de PVC, promovendo-se a homogeneização do seu conteúdo, por meio da agitação do frasco com o auxílio do agitador

mecânico a uma velocidade de 120 ciclos por minuto, durante vinte minutos, deixando, em seguida, a solução em repouso por um dia.

A partir daí adicionou-se 6,5 mL de uma solução tampão pH 10, em que 67,5 g de NH_4Cl foram dissolvidos em 200 ml de água deionizada, sendo então transferido para um balão de 1 litro e completado o volume. Em seguida, foram adicionados 600 ml de NH_4OH concentrado, 0,616 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e 0,930 g de EDTA, além de 3 gotas do indicador negro de eriocromo, titulando-se, imediatamente, a amostra com a solução EDTA 0,0125 N, até a viragem da cor de vermelho-arroxeadado para azul puro ou esverdeado, anotando-se o volume de EDTA gasto. O magnésio adicionado à amostra pela solução tampão foi descontado fazendo-se um “branco” analítico.

$$\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} (\text{mmol.kg}^{-1}) = \text{ml EDTA gasto na titulação} \times 10;$$

4.9.3 DETERMINAÇÃO DE Na^+ e K^+

As análises de sódio e potássio foram realizadas por Emissão Atômica no FAAS, nas amostras de solo digeridas com HCl $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ para a análise do potencial de biodisponibilidade de metais, sendo os valores obtidos foram convertidos de mg.kg^{-1} para mmol.kg^{-1} .

4.9.4 SOMA DAS BASES

A soma de bases corresponde à soma da quantidade dos cátions trocáveis Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ e K^+ obtidos anteriormente. Assim:

$$S = \text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++} + \text{Na}^+ + \text{K}^+$$

$S = \text{soma de bases, em mmol.kg}^{-1}.$

4.10 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO

Para a determinação do teor de matéria orgânica do solo, foi utilizado o método gravimétrico (APHA 1995), que consiste nos seguintes passos:

Inicialmente as cápsulas de porcelana ou os suportes de folhas de alumínio foram descontaminados de resíduos orgânicos por cerca de uma hora em mufla à 450° C.

Feito isso, e após resfriamento, procedeu-se à obtenção das massas dessas cápsulas e suportes em balança de alta precisão.

Em seguida adicionou-se às cápsulas e suportes o solo a ser analisado, transferindo-os o para a estufa a 105 °C, para secagem do solo até obtenção de massa constante.

Após o resfriamento do solo em dessecador, determinou-se a massa do conjunto cápsula/solo em balança de alta precisão.

Transferiu-se então as cápsulas e suportes com solo para a mufla, permanecendo no aparelho por 1 hora, seguindo-se com resfriamento em dessecador e nova pesagem.

A matéria orgânica foi obtida por meio da seguinte fórmula:

$$M.O.(%) = \frac{(M_{s1} - M_{s2}) \times 100}{(M_{s1} - M_c)}$$

Onde:

M.O. – Teor de Matéria Orgânica do solo, em %;

M_{s1} - Massa da cápsula e/ou suporte com solo após a passagem pela estufa, em g;

M_{s2} - Massa da cápsula e/ou suporte com solo após a passagem pela mufla, em g;

M_c - Massa da cápsula ou do suporte, em g.

4.11 DETERMINAÇÃO DO pH DO EXTRATO AQUOSO DO SOLO E DO LODO

Para a determinação do pH do solo e do lodo, obteve-se cerca de 10 g de solo e/ou lodo, adicionando-os em frascos plásticos de poliestireno de 50 mL, em duplicata, juntamente com 25 mL de CaCl₂ 0,01 mol.L⁻¹. A solução foi agitada com bastão de vidro e permaneceu em repouso por uma hora.

Após esse período, agitou-se novamente a amostra, procedendo-se então à leitura do pH (EMBRAPA, 1998).

4.12 DETERMINAÇÃO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO EXTRATO AQUOSO DO SOLO

Seguindo-se metodologia de Camargo (1986), com cerca de 10 g de solo previamente seco em estufa à 40° C, em duplicata, adicionou-se 10 mL de água deionizada, agitando-se manualmente a amostra a cada 30 minutos, 5 vezes, durante 30 segundos.

Em seguida filtrou-se lentamente a amostra em papel filtro whatman nº 42, e procedeu-se à leitura no condutivímetro. A condutividade elétrica foi avaliada em mS.m^{-1} .

4.13 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL DE METAIS NO SOLO

Para a realização da Extração Sequencial dos metais no solo, adotou-se a metodologia utilizada por Ahnstrom e Parker (1999), com alterações na determinação da fração residual, que consiste nos seguintes procedimentos:

Inicialmente obteve-se cerca de duas gramas de solo previamente seco em estufa a 40° C em tubos plásticos apropriados para centrifuga, em duplicata, após destorroamento e peneiramento em malha de nylon de 2 mm de diâmetro. A partir daí foram realizadas as seguintes etapas:

a) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO SOLÚVEL E DA FRAÇÃO TROCÁVEL

- Adicionou-se ao solo 15 mL de nitrato de estrôncio - $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,1 mol.L^{-1} ; o Sr^{2+} é utilizado pois pode ocupar todos os sítios de troca catiônica, liberando os metais na forma que se encontram trocável na solução;
- A amostra foi agitada por 2 horas em agitador mecânico em baixa velocidade e em seguida centrifugada a 1800 rpm por 7 minutos;
- O sobrenadante foi filtrado em membrana de 0,45 μm de porosidade, no kitassato contendo 1 mL de HNO_3 concentrado e transferido para um balão volumétrico de 50 mL;
- Por fim o solo foi suspenso em 5 mL de cloreto de sódio - NaCl 0,1 mol.L^{-1} , seguindo-se com a centrifugação e filtração do sobrenadante, completando-se o volume do balão de 50 mL, conservando-se o solo para a próxima etapa.

b) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO LIGADA À MATÉRIA ORGÂNICA

- Ao solo resultante da etapa anterior foi adicionado 5 mL de hipoclorito de sódio - NaOCl a 5 %, ajustando-se a solução para um pH de 8,5;
- A amostra foi aquecida por 30 minutos em banho-maria entre 90 e 95° C, observando-se a formação de espuma para evitar perda de amostra;
- Então se centrifugou a amostra a 1800 rpm por 7 minutos, seguindo-se com a filtração e a transferência do sobrenadante para um balão volumétrico de 50 mL, contendo 2,5 mL de ácido nítrico concentrado;
- Com isso o solo foi suspenso novamente em 5 mL de NaCl 0,1 mol.L⁻¹, seguindo-se com a centrifugação e filtração do sobrenadante, completando-se o balão de 50 mL, conservando-se o solo para a terceira etapa.

c) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO REDUTÍVEL

- Foram adicionados 20 mL de uma solução composta por oxalato de amônio - C₂H₈N₂O₄ 0,2 mol.L⁻¹, ácido oxálico - C₂H₂O₄.2H₂O 0,2 mol.L⁻¹ e ácido ascórbico C₆H₈O₆ 0,1 mol.L⁻¹ ao solo obtido da etapa anterior;
- A partir daí a amostra foi aquecida por 30 minutos em banho-maria, entre 90 e 95° C e, após resfriamento, centrifugada a 1800 rpm por 7 minutos;
- Seguiu-se então com a filtração e a transferência do sobrenadante para um balão volumétrico de 50 mL, sem adição de ácido nítrico;
- Finalmente o solo foi suspenso em 5 mL de NaCl, sofrendo nova centrifugação e filtração do sobrenadante, completando-se o balão de 50 mL e preparando o solo para a etapa final .

d) DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO RESIDUAL

Foi utilizada a metodologia de determinação de metais pseudo-totais contidos no solo e no lodo de esgoto descrita no item 4.6.

A análise do teor de metais presentes em todas as frações determinadas foi realizada em Espectrômetro de Absorção Atômica por chama (FAAS).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO LODO DE ESGOTO UTILIZADO NO EXPERIMENTO

São apresentados a seguir os resultados obtidos na caracterização inicial do lodo de esgoto utilizado no **presente** experimento. É importante salientar que os protótipos já haviam recebido aplicações regulares de lodo no estado líquido em **pesquisas anteriores**, de março de 2000 a outubro de 2001, tendo permanecido sem aplicações por 20 meses, expostos ao tempo. Dois protótipos receberam adição de cal para a correção do pH do solo naquela oportunidade.

A partir da análise dos teores de metais pseudo-totais encontrados no lodo, extração por HNO_3 6 mol L^{-1} , Quadro 9, e levando-se em consideração as concentrações limites de metais no lodo determinadas pela norma CETESB P 4.230, o lodo de esgoto utilizado no presente experimento apresentava 9 % da concentração máxima permitida de Cd, 13 % de Cu, 22 % de Pb, 6 % de Ni e 19 % de Zn, considerando-se base seca, portanto abaixo dos limites da norma. A CETESB não determina uma concentração limite no lodo para o Cromo.

O lodo apresentava um pH ácido, por não haver sofrido qualquer tratamento com cal; além disso, a sua condutividade elétrica era mais elevada que o solo utilizado na pesquisa, este último com valores abaixo de 1 dS m^{-1} , devido à maior concentração no lodo de macro e micronutrientes.

Quadro 9 – Caracterização do lodo utilizado no experimento. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

Parâmetro	Valor	Concentração limite de metais no lodo (CETESB P 4.230)
Condutividade Elétrica (dS. m^{-1})	7,1	
pH	3,8	
Teor de Matéria Orgânica (%)	56,1	
Umidade (%)	52,1	
Cádmio (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	8	85
Chumbo (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	186	840
Cobre (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	572	4300
Cromo (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	116	-----
Níquel (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	27	420
Zinco (mg. kg^{-1} de lodo – base seca)	1453	7500

De acordo com a Companhia de Saneamento de Jundiaí - CSJ, o lodo gerado na ETE Jundiaí e utilizado no experimento é considerado de classe B, o que significa que a densidade de coliformes fecais é inferior a 2×10^6 NMP/g ST.

Com base nas três diferentes taxas de aplicação de lodo utilizadas no experimento (100, 67 e 33 t.ha⁻¹) e nos teores de metais potencialmente tóxicos obtidos do lodo, foram calculadas as taxas anuais de aplicação de metais, apresentadas no Quadro 10:

Quadro 10 – Taxa anual de aplicação de metais, para as taxas de aplicação de lodo utilizadas no experimento.

Metal	Taxa de aplicação anual máxima (CETESB P 4.230)	100 t.ha ⁻¹	67 t.ha ⁻¹	33 t.ha ⁻¹
Cádmio	1,9 kg.ha ⁻¹	0,8 kg.ha ⁻¹	0,5 kg.ha ⁻¹	0,3 kg.ha ⁻¹
Chumbo	15,0 kg.ha ⁻¹	18,6 kg.ha⁻¹	12,5 kg.ha ⁻¹	6,1 kg.ha ⁻¹
Cobre	75,0 kg.ha ⁻¹	57,2 kg.ha ⁻¹	38,3 kg.ha ⁻¹	18,9 kg.ha ⁻¹
Cromo	*	11,6 kg.ha ⁻¹	7,8 kg.ha ⁻¹	3,8 kg.ha ⁻¹
Níquel	21,0 kg.ha ⁻¹	2,7 kg.ha ⁻¹	1,8 kg.ha ⁻¹	0,9 kg.ha ⁻¹
Zinco	140,0 kg.ha ⁻¹	145,3 kg.ha⁻¹	97,4 kg.ha ⁻¹	47,9 kg.ha ⁻¹

* Para o Cromo deverá ser respeitado o limite de acumulação de lodo no solo de 500 mg.kg⁻¹

De acordo com o Quadro 10, para a taxa de aplicação de lodo de 100 t.ha⁻¹, os valores de chumbo e zinco superam os estabelecidos na norma CETESB P 4.230 e dessa forma não seria adequada a utilização do lodo na agricultura com essa taxa, contudo, como os valores ficaram muito próximos aos da norma, seria necessário uma análise mais detalhada. Para as taxas de aplicação de 67 e 33 t.ha⁻¹, os teores de metais se encontram abaixo dos limites preconizados pela norma da CETESB.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DO SOLO ANTES DA INCORPORAÇÃO DO LODO

O solo utilizado no experimento foi extraído na região urbana de Limeira, próximo ao bairro denominado Jardim Aeroporto, e corresponde a um Latossolo Vermelho Escuro, o qual cobre 24,1% do Estado de São Paulo, conforme relatório da CETESB (1997).

A curva granulométrica do solo utilizado no experimento é mostrada no anexo I, e apresenta uma porcentagem de 35 % de argila, 18 % de silte, 15 % de areia fina e 32 % de areia grossa, o que indica, de acordo com o sistema norte americano de classificação de solos da USDA (*United States Department of Agriculture*), um solo do tipo franco argiloso. Nas frações silte e argila podem ocorrer boa parte dos mecanismos de adsorção de metais no solo, como a troca catiônica, a adsorção específica

nos óxidos e hidróxidos de Fe e Al e as reações de precipitação e co-precipitação com esses argilominerais, dependendo do pH e das condições de oxi-redução do solo.

Tendo em vista que o solo já havia recebido aplicações regulares de lodo antes da presente pesquisa, é apresentada no Quadro 11 a quantidade de lodo aplicada anteriormente:

Quadro 11 – Quantidade de lodo aplicada nos protótipos antes da presente pesquisa

Protótipo – Taxa de aplicação atual	Quantidade de lodo aplicado anteriormente(base seca)	Recebeu aplicação de cal anteriormente?
12 – 100 t.ha ⁻¹	83 t.ha ⁻¹	Não
13 – Testemunha	-----	Não
14 – Testemunha	-----	Sim
15 – 67 t.ha ⁻¹	55 t.ha ⁻¹	Sim
16 – 67 t.ha ⁻¹	55 t.ha ⁻¹	Não
18 – 33 t.ha ⁻¹	28 t.ha ⁻¹	Não

Na presente pesquisa **não** foi realizada nova calagem do solo; também em nenhum dos protótipos o solo foi substituído ou reposto, e dessa forma as análises foram realizadas no solo nas condições **originais**. Os protótipos permaneceram expostos ao tempo durante o período que antecedeu a presente pesquisa.

O lodo anteriormente aplicado ao solo foi oriundo da estação de tratamento de esgotos que atende ao bairro Riacho Grande, situado na cidade de São Bernardo do Campo. O efluente tratado nessa estação é tipicamente doméstico², sendo que o lodo utilizado nas pesquisas anteriores era coletado diretamente do fundo das lagoas de decantação, e aplicado no solo contido nos protótipos ainda no estado líquido.

No Quadro 12 são apresentadas as análises químicas realizadas no solo inicial, na denominada **coleta “0”**, nos diferentes perfis de profundidade adotados.

² Informações fornecidas por Marta Pires, Doutora pela UNICAMP, responsável pela montagem dos protótipos.

Quadro 12 – Análise química do solo antes da aplicação do lodo da presente pesquisa. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório

Quantidade de lodo aplicado anteriormente	Perfis de profundidade	pH	M.O.	C.E.	Na	K	Ca+Mg	S	H+Al	CTC
			(%)	(dS m ⁻¹)	(mmol kg ⁻¹)					
83 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,1	9,5	1,1	8,1	2,2	14,0	24,3	41,9	66,2
	5 – 25 cm	3,2	6,2	0,7	3,5	0,6	19,0	23,1	9,1	32,2
	25 – 50 cm	3,3	7,4	0,3	0,4	0,3	13,0	13,7	21,0	34,8
	50 – 75 cm	3,5	6,0	0,3	2,1	0,4	10,0	12,4	36,0	48,5
	75 – 100 cm	3,9	6,4	0,2	0,7	0,9	6,5	8,2	8,9	17,1
Testemunha	0 – 5 cm	4,0	6,2	0,3	0,4	0,7	14,0	15,1	18,0	33,1
	5 – 25 cm	4,0	6,2	0,2	0,5	0,5	15,5	16,5	15,1	31,6
	25 – 50 cm	3,9	5,9	0,3	0,5	0,4	31,0	31,8	11,9	43,8
	50 – 75 cm	4,0	5,4	0,2	0,3	0,2	12,0	12,5	11,9	24,4
	75 – 100 cm	4,4	5,5	0,1	0,6	0,3	8,0	8,8	15,0	23,9
Testemunha com cal	0 – 5 cm	7,1	5,6	0,8	0,3	1,1	87,5	88,9	11,8	100,7
	5 – 25 cm	5,7	5,2	0,4	0,6	0,7	46,5	47,8	12,0	59,8
	25 – 50 cm	5,6	4,9	0,3	0,7	0,4	6,5	7,7	26,8	34,5
	50 – 75 cm	5,6	4,4	0,3	0,3	0,3	9,0	9,6	38,9	48,5
	75 – 100 cm	4,6	4,7	0,1	1,5	0,4	15,0	16,8	12,1	28,9
55 t.ha ⁻¹ com cal	0 – 5 cm	5,4	9,1	0,7	0,7	1,2	126,0	127,8	18,1	146,0
	5 – 25 cm	4,1	4,8	0,3	0,5	0,4	9,0	9,9	27,2	37,1
	25 – 50 cm	3,9	3,8	0,3	0,3	0,3	10,0	10,6	14,8	25,4
	50 – 75 cm	4,1	3,6	0,2	0,5	0,4	7,0	7,9	27,2	35,2
	75 – 100 cm	4,3	3,9	0,1	0,5	0,4	14,0	14,9	17,9	32,8
55 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,4	9,6	0,8	0,5	1,1	13,0	14,6	41,9	56,5
	5 – 25 cm	3,6	4,8	0,4	0,3	0,4	12,0	12,7	12,0	24,7
	25 – 50 cm	3,8	3,7	0,3	0,4	0,3	14,0	14,7	18,1	32,8
	50 – 75 cm	3,9	3,6	0,3	0,5	0,4	8,5	9,4	17,8	27,2
	75 – 100 cm	4,1	3,9	0,2	0,4	0,3	21,0	21,7	9,0	30,7
28 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,5	6,8	0,3	0,6	0,6	13,5	14,7	35,7	50,4
	5 – 25 cm	3,6	4,6	0,4	0,4	0,3	10,5	11,2	9,1	20,2
	25 – 50 cm	3,9	4,0	0,2	0,2	0,2	8,0	8,4	17,8	26,2
	50 – 75 cm	4,0	4,2	0,2	0,6	0,3	33,0	33,9	15,1	49,0
	75 – 100 cm	3,7	3,6	0,1	0,6	0,3	21,0	21,9	12,0	33,9

M.O. - % de Matéria Orgânica no solo;

C.E. – Condutividade Elétrica do extrato saturado do solo;

S – Soma de cátions trocáveis;

H+Al – Acidez Real;

CTC – Capacidade de Troca Catiônica efetiva do solo

O solo analisado ainda revelava a influência do lodo de esgoto aplicado 20 meses antes da coleta inicial, uma vez que foram observadas as seguintes características no solo:

- Redução no valor de pH do solo com aplicação de lodo em relação aos protótipos testemunhas, principalmente no perfil de 0 a 5 cm de profundidade, apresentando-se em condições ácidas, impróprias para o desenvolvimento de culturas agrícolas;
- Percentual de matéria orgânica mais elevado nas camadas superficiais do solo com aplicação de lodo;
- Condutividade elétrica (C.E.) do extrato saturado do solo mais elevada no perfil de 0 a 5 cm nos protótipos de 83 e 55 t.ha⁻¹, sem adição de cal, provavelmente em decorrência do maior teor de matéria orgânica nesse perfil do solo, e nos protótipos de 55 t.ha⁻¹ e testemunha, ambos com adição de cal, o primeiro por influência tanto da matéria orgânica quanto da cal adicionada ao solo e o segundo influenciado somente pela cal;
- Acidez real maior nas camadas superficiais, nos solos com incorporação do lodo sem cal, em relação às demais profundidades e aos protótipos testemunhas;
- Em relação à soma dos cátions trocáveis (S), os maiores valores foram obtidos nos protótipos com aplicação de cal, na camada de 0 a 5cm, por influência da dureza do solo (Ca + Mg); sódio e potássio influenciaram a elevação de S no protótipo de 83 t.ha⁻¹ na superfície do solo;
- CTC efetiva maior nas camadas superficiais dos solos que sofreram calagem; os demais protótipos com aplicação de lodo apresentaram uma elevação na CTC no perfil de 0 a 5cm, influenciada pelo maior teor de matéria orgânica nessa camada.

No Quadro 13 são apresentados os teores de metais pseudo-totais – extração por HNO₃ 6 mol.L⁻¹ – nas amostras de solo na coleta inicial, destacando-se que:

- O cádmio foi o único metal estudado não detectado em nenhum dos protótipos;
- O níquel foi encontrado apenas no protótipo de 83 t.ha⁻¹, no perfil de 0 a 5cm;
- Os maiores teores de zinco, cobre, cromo e chumbo foram detectados nas camadas superficiais dos solos com aplicação de lodo;
- O Zinco e o cobre foram os metais com os maiores teores obtidos.

Quadro 13 – Teor de metais pseudo-totais no solo antes da aplicação do lodo da presente pesquisa. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

Quantidade de lodo aplicado anteriormente	Perfis de profundidade	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
		(mg.kg ⁻¹)					
83 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	72	39	5	24	18	ND
	5 - 25 cm	21	15	ND	6	17	ND
	25 - 50 cm	19	11	ND	7	8	ND
	50 - 75 cm	19	11	ND	6	8	ND
	75 - 100 cm	14	10	ND	6	8	ND
Testemunha	0 - 5 cm	14	9	ND	5	7	ND
	5 - 25 cm	7	10	ND	8	6	ND
	25 - 50 cm	4	8	ND	8	6	ND
	50 - 75 cm	6	8	ND	7	9	ND
	75 - 100 cm	3	7	ND	8	8	ND
Testemunha com cal	0 - 5 cm	13	9	ND	7	8	ND
	5 - 25 cm	5	5	ND	6	6	ND
	25 - 50 cm	3	5	ND	6	7	ND
	50 - 75 cm	1	3	ND	5	7	ND
	75 - 100 cm	ND	3	ND	5	8	ND
55 t.ha ⁻¹ com cal	0 - 5 cm	71	31	ND	22	17	ND
	5 - 25 cm	11	8	ND	7	10	ND
	25 - 50 cm	4	4	ND	5	6	ND
	50 - 75 cm	7	5	ND	5	7	ND
	75 - 100 cm	9	5	ND	5	7	ND
55 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	79	34	ND	24	15	ND
	5 - 25 cm	17	9	ND	10	11	ND
	25 - 50 cm	5	6	ND	5	6	ND
	50 - 75 cm	9	6	ND	6	6	ND
	75 - 100 cm	7	6	ND	10	8	ND
28 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	28	19	ND	16	13	ND
	5 - 25 cm	13	10	ND	26	9	ND
	25 - 50 cm	6	6	ND	7	8	ND
	50 - 75 cm	10	7	ND	10	6	ND
	75 - 100 cm	10	5	ND	11	5	ND
Limite de Detecção de metais em 1 g de solo no FAAS		0,5	1	2	5	2	0,2

ND – Não Detectado

5.3 CARACTERIZAÇÃO DO SOLO APÓS A INCORPORAÇÃO DO LODO

Após a incorporação do lodo de esgoto ao solo foram realizadas quatro coletas de solo ao longo de oito meses, denominadas **coletas “1”, “2”, “3” e “4”**, intercaladas aproximadamente a cada dois meses. No solo coletado foram avaliados o valor do pH, os valores da concentração de sódio, potássio, dureza do solo (Ca+Mg), acidez real, o valor da soma das bases, o valor da CTC efetiva, o percentual de matéria orgânica e a condutividade elétrica do extrato saturado do solo. Nos Quadros 14 e 15 são apresentados os resultados das análises químicas no solo das coletas “1” (realizada um mês após a aplicação do lodo) e “4” (realizada oito meses após a aplicação), respectivamente. Os resultados completos são apresentados nos Anexos de I a X.

As alterações observadas nas características do solo após oito meses da incorporação do lodo foram as seguintes:

- O pH do solo se manteve constante nos protótipos que não haviam recebido aplicações de cal nas pesquisas anteriores (condições ácidas), e foi decrescente nas camadas superficiais ao longo das coletas para o protótipo com cal, aproximando-se do pH obtido para o solo sem cal. É importante destacar que o pH do solo com adição de cal estava originalmente próximo à neutralidade, como pode se observar nos valores obtidos para o protótipo testemunha com cal;
- O teor de matéria orgânica aumentou nas camadas superficiais do solo, porém ao longo das coletas foram observadas grandes variações nos percentuais obtidos, possivelmente em função da heterogeneidade das amostras coletadas;
- Verificou-se um comportamento crescente no valor da condutividade elétrica (C.E.) do extrato saturado do solo **em todos os perfis de profundidade**, nos protótipos que receberam aplicações de lodo, possivelmente em função da mobilidade de alguns macronutrientes;
- Foi observado um aumento nos valores da soma de bases em relação à coleta “0”, especialmente os teores de Ca e Mg (dureza do solo), no perfil de solo de 0 a 5 cm, nos protótipos com aplicação de lodo sem cal;

- Foi constatado também um aumento considerável nos valores da acidez real após a incorporação do lodo, sendo este o parâmetro que propiciou os maiores aumentos na CTC do solo, em suas camadas superficiais;
- Os valores da CTC efetiva nas camadas superficiais do solo que não receberam adição de cal ficaram próximos aos valores para o solo com cal, uma vez que a incorporação do lodo elevou, por um lado, a acidez real em todos os solos, e por outro reduziu o valor da soma das bases no solo que sofreu a calagem, devido a uma possível lixiviação dessas bases com a redução no valor de pH do solo.

Quadro 14 – Análise química do solo da coleta “1”, realizada um mês após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório

Quantidade de lodo aplicado na pesquisa atual	Perfis de profundidade	pH	M.O.	C.E.	Na	K	Ca+Mg	S	H+Al	CTC
			(%)	(dS m ⁻¹)	(mmol kg ⁻¹)					
100 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	3,5	10,6	3,2	2,2	2,5	38,5	43,2	51,4	94,5
	5 - 25 cm	3,5	5,4	1,3	0,9	0,9	19,0	20,9	44,3	65,2
	25 - 50 cm	3,5	6,9	0,8	0,5	0,6	15,0	16,1	24,0	40,1
	50 - 75 cm	3,6	5,8	0,6	0,4	0,5	10,5	11,4	17,9	29,3
	75 - 100 cm	4,1	5,8	0,6	0,5	0,8	12,0	13,2	11,9	25,1
Testemunha	0 - 5 cm	3,9	5,4	0,2	0,3	0,7	14,5	15,4	14,9	30,3
	5 - 25 cm	4,2	5,2	0,1	0,2	0,5	13,0	13,7	12,0	25,7
	25 - 50 cm	4,2	5,8	0,1	0,1	0,5	6,0	6,6	11,9	18,5
	50 - 75 cm	4,4	5,6	0,1	0,2	0,3	7,5	8,0	20,8	28,8
	75 - 100 cm	4,3	4,6	0,1	0,2	0,3	13,0	13,4	11,9	25,3
Testemunha com cal	0 - 5 cm	6,4	5,5	0,4	0,8	1,3	35,5	37,6	12,0	49,6
	5 - 25 cm	6,2	5,6	0,5	0,2	0,6	37,0	37,9	6,1	43,9
	25 - 50 cm	5,4	5,3	0,2	0,1	0,3	19,0	19,4	6,0	25,4
	50 - 75 cm	5,6	4,9	0,2	0,4	0,2	11,0	11,6	17,9	29,4
	75 - 100 cm	4,6	3,9	0,1	0,6	0,2	14,0	14,8	8,9	23,7
67 t.ha ⁻¹ com cal	0 - 5 cm	4,5	9,9	3,6	2,7	2,9	64,0	69,6	11,8	81,4
	5 - 25 cm	4,0	5,8	1,5	0,9	0,8	26,5	28,2	12,0	40,1
	25 - 50 cm	3,9	4,0	0,9	0,7	0,5	14,0	15,2	11,8	27,1
	50 - 75 cm	3,9	4,0	0,7	0,4	0,5	13,0	14,0	20,9	34,8
	75 - 100 cm	4,0	4,0	0,7	0,5	0,5	14,0	15,0	27,2	42,2
67 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	3,5	11,2	3,6	3,7	2,5	47,0	53,2	69,3	122,5
	5 - 25 cm	3,6	4,5	1,3	0,6	0,6	13,0	14,2	45,1	59,4
	25 - 50 cm	3,7	3,8	0,6	0,2	0,4	8,0	8,6	27,0	35,6
	50 - 75 cm	3,7	4,8	0,8	0,3	0,4	14,5	15,3	17,7	33,0
	75 - 100 cm	4,0	4,0	0,7	0,3	0,4	12,5	13,2	23,6	36,8
33 t.ha ⁻¹	0 - 5 cm	3,6	6,9	2,1	1,6	1,4	20,0	23,0	36,2	59,1
	5 - 25 cm	3,6	4,4	1,1	0,8	0,4	15,5	16,6	26,9	43,5
	25 - 50 cm	3,7	3,5	0,4	0,2	0,2	7,5	7,9	14,9	22,8
	50 - 75 cm	3,8	3,5	0,4	0,1	0,2	10,5	10,9	14,9	25,8
	75 - 100 cm	3,7	3,2	0,4	0,2	0,2	9,5	9,9	9,0	19,0

M.O. - % de Matéria Orgânica no solo;

C.E. – Condutividade Elétrica do extrato saturado do solo;

S – Soma de cátions trocáveis;

H+Al – Acidez Real;

CTC – Capacidade de Troca Catiônica efetiva do solo

Quadro 15 – Análise química do solo da coleta “4”, realizada oito meses após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório

Quantidade de lodo aplicado na pesquisa atual	Perfis de profundidade	pH	M.O.	C.E.	Na	K	Ca+Mg	S	H+Al	CTC
			(%)	(dS m ⁻¹)	(mmol kg ⁻¹)					
100 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,5	27,3	0,8	0,7	1,2	18,5	20,4	99,2	119,6
	5 – 25 cm	3,5	5,9	0,3	0,1	0,3	12,5	13,0	59,6	72,6
	25 – 50 cm	3,9	6,2	0,4	0,1	0,6	13,5	14,3	30,2	44,4
	50 – 75 cm	3,9	6,9	0,4	0,2	0,5	14,0	14,6	14,8	29,5
	75 – 100 cm	4,1	5,3	0,4	0,3	0,5	11,5	12,2	9,0	21,2
Testemunha	0 – 5 cm	4,7	5,9	0,1	0,4	1,0	22,0	23,4	12,0	35,4
	5 – 25 cm	4,8	5,8	0,1	0,4	0,5	15,5	16,4	14,9	31,3
	25 – 50 cm	4,5	4,3	0,1	0,3	0,3	12,0	12,7	11,9	24,6
	50 – 75 cm	4,5	5,7	0,1	0,3	0,3	13,5	14,0	18,0	32,1
	75 – 100 cm	4,5	5,4	0,1	0,2	0,2	16,0	16,4	18,1	34,5
Testemunha com cal	0 – 5 cm	6,8	6,1	0,2	0,3	1,4	64,5	66,3	15,1	81,3
	5 – 25 cm	6,6	5,8	0,3	0,3	0,7	45,5	46,5	12,0	58,5
	25 – 50 cm	6,1	5,7	0,3	0,2	0,4	32,0	32,5	11,9	44,4
	50 – 75 cm	5,9	5,0	0,2	0,1	0,3	40,0	40,4	8,9	49,4
	75 – 100 cm	5,9	4,5	0,2	0,2	0,3	24,5	25,0	11,9	36,9
67 t.ha ⁻¹ com cal	0 – 5 cm	3,7	17,7	0,9	0,5	1,4	22,5	24,4	66,3	90,7
	5 – 25 cm	4,1	4,4	0,5	0,1	0,4	26,0	26,5	17,7	44,2
	25 – 50 cm	3,8	5,0	0,5	0,2	0,5	17,0	17,7	24,1	41,8
	50 – 75 cm	3,9	4,8	0,5	0,1	0,5	31,0	31,6	24,1	55,7
	75 – 100 cm	4,0	4,1	0,5	0,2	0,6	28,0	28,8	30,1	58,9
67 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,4	15,8	0,8	0,4	1,0	23,5	24,9	99,7	124,6
	5 – 25 cm	3,4	4,6	0,4	0,2	0,4	16,0	16,5	57,5	74,0
	25 – 50 cm	3,6	4,9	0,4	0,1	0,4	10,5	11,0	38,6	49,6
	50 – 75 cm	3,7	5,3	0,4	0,1	0,3	12,5	12,9	47,7	60,7
	75 – 100 cm	3,9	3,7	0,3	0,3	0,3	11,0	11,6	27,0	38,5
33 t.ha ⁻¹	0 – 5 cm	3,6	15,3	0,6	0,5	1,1	28,0	29,7	87,0	116,7
	5 – 25 cm	3,6	5,2	0,3	0,1	0,3	14,0	14,4	41,7	56,1
	25 – 50 cm	4,0	3,7	0,3	0,1	0,3	16,0	16,4	27,1	43,4
	50 – 75 cm	4,1	3,6	0,3	0,2	0,1	9,0	9,4	15,0	24,4
	75 – 100 cm	4,0	4,3	0,3	0,2	0,2	11,0	11,4	12,0	23,4

M.O. - % de Matéria Orgânica no solo;

C.E. – Condutividade Elétrica do extrato saturado do solo;

S – Soma de cátions trocáveis;

H+Al – Acidez Real;

CTC – Capacidade de Troca Catiônica efetiva do solo

5.3.1 METAIS PSEUDO-TOTAIS

Nas Figuras 10 a 13 são apresentadas as variações dos teores de Zn, Cu, Cr e Pb com a profundidade e o tempo, este último representado pelas cinco coletas realizadas ao longo de oito meses. O Cd não foi detectado e o Níquel apresentava valores muito baixos para uma representação gráfica adequada na faixa de concentração utilizada (0 a 150 mg.kg⁻¹).

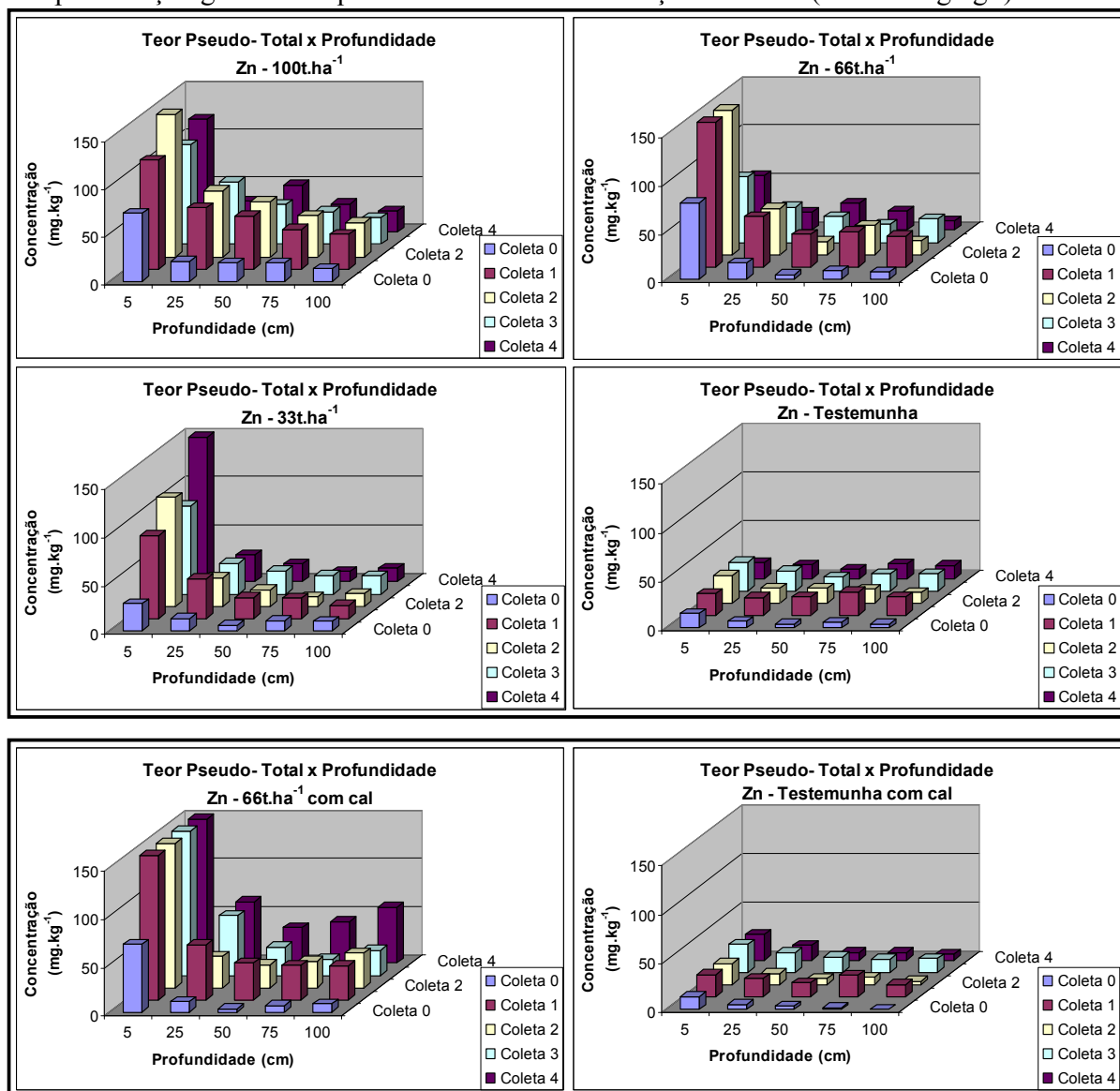


Figura 10 – Variações no teor de zinco do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

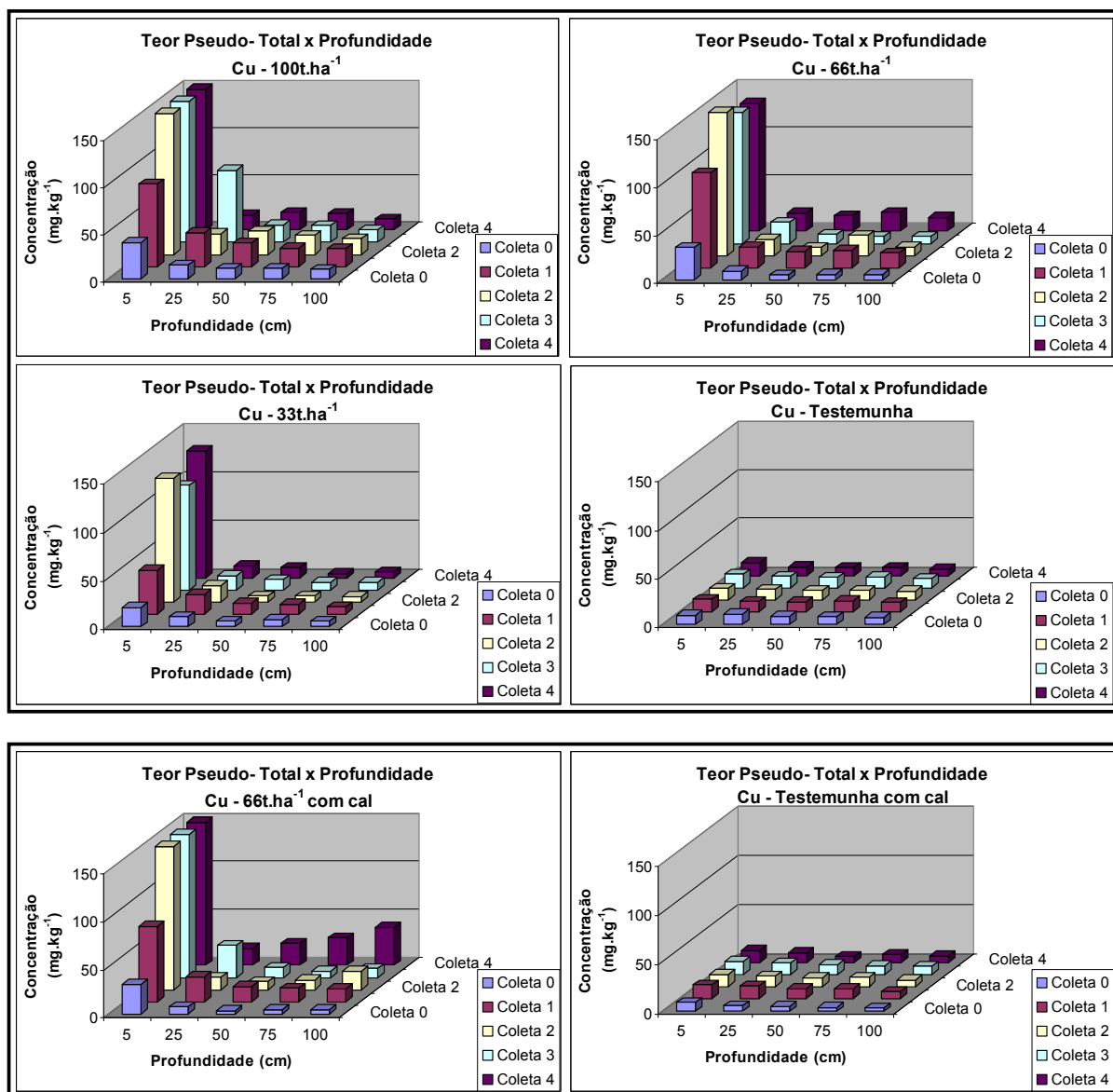


Figura 11 - Variações no teor de cobre do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

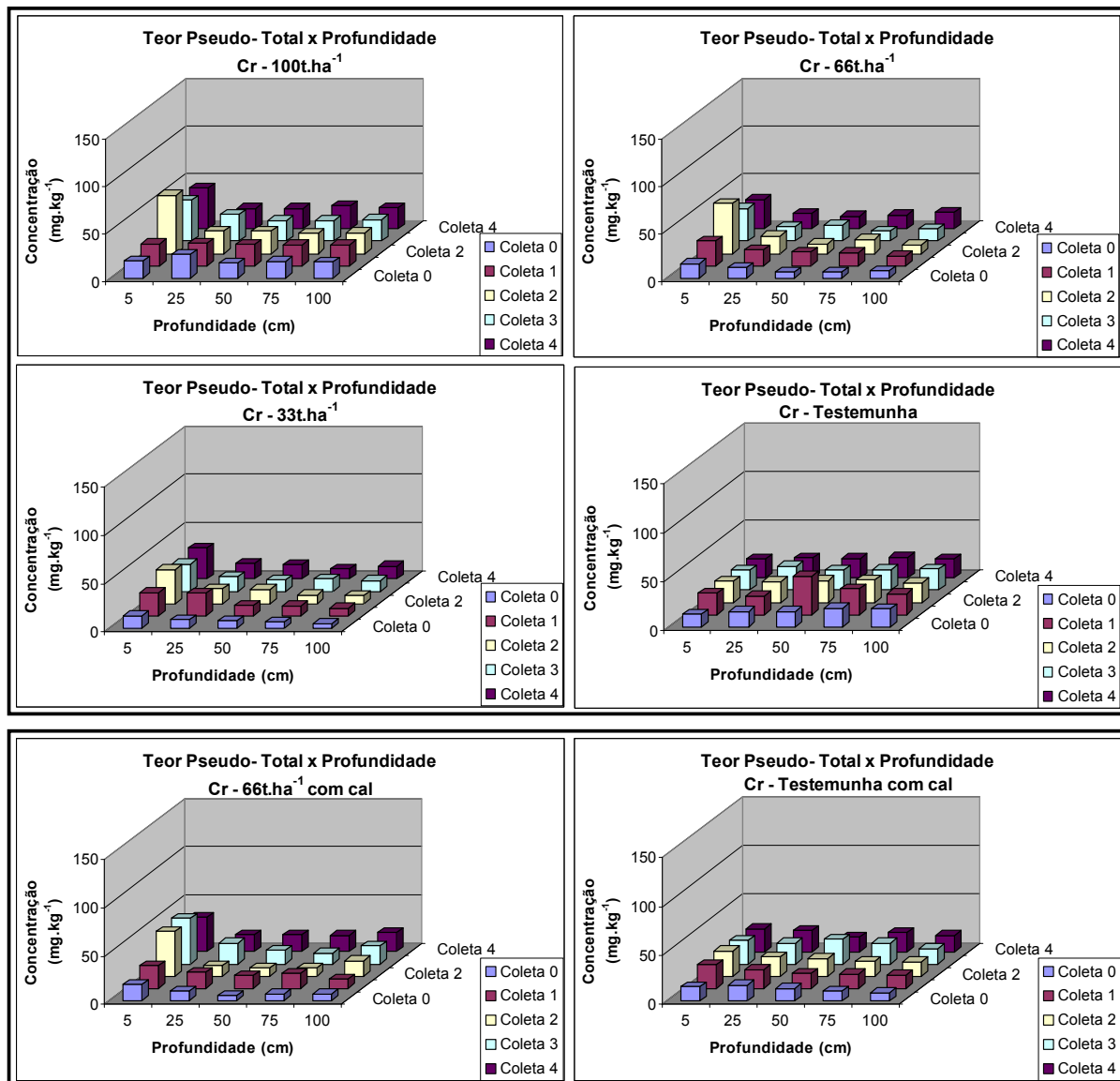


Figura 12 – Variações no teor de cromo do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

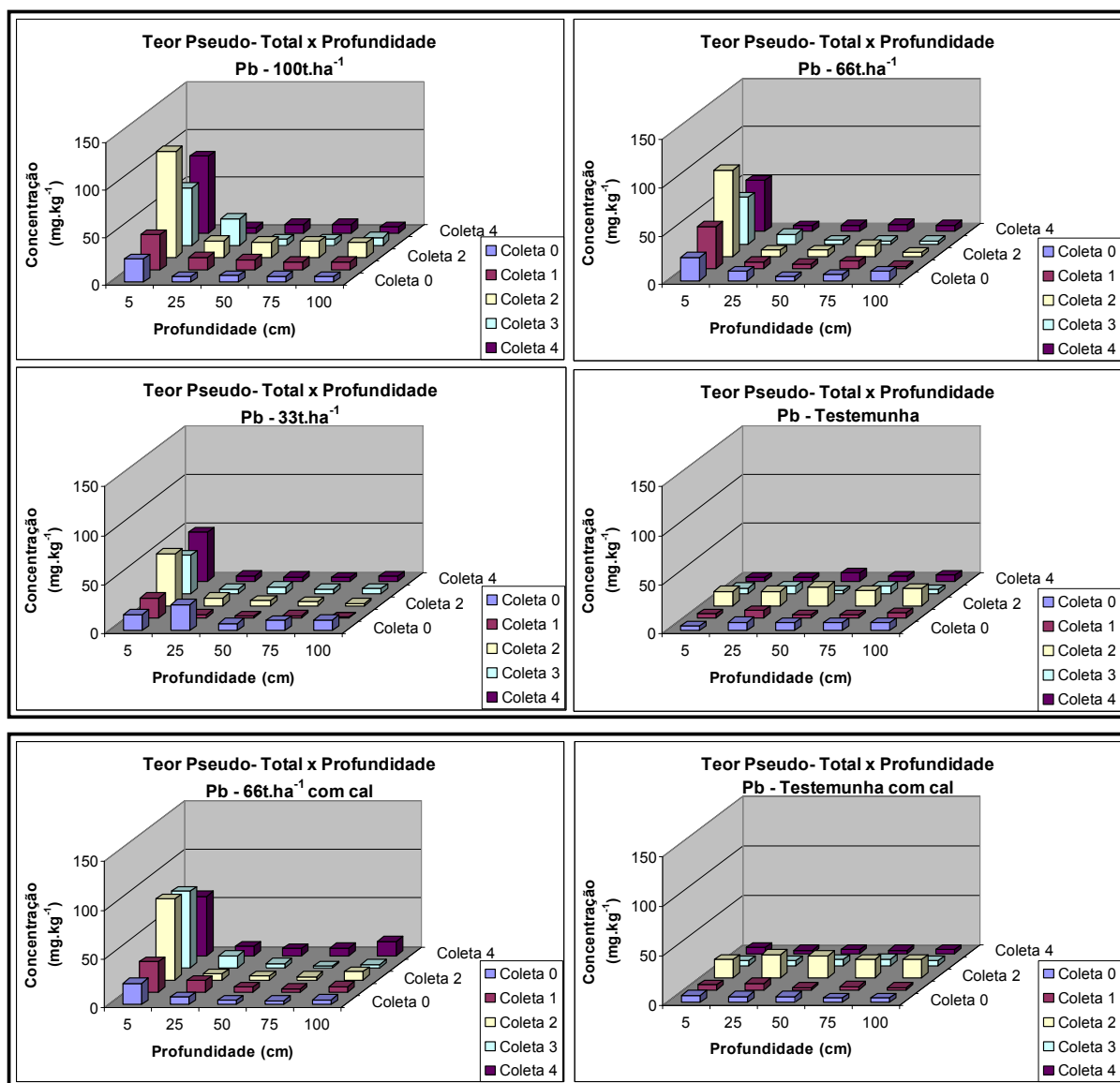


Figura 13 – Variações no teor de chumbo do solo com a profundidade e as coletas após a aplicação do lodo. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

Comparando-se os teores de metais pseudo-totais nos protótipos com incorporação de lodo, entre o perfil de solo de 0 a 5 cm e o de 5 a 25 cm, utilizando-se o método de comparação de médias de duas amostras, verificou-se que a maioria dos valores obtidos para Zn, Cu, Cr, Pb e Ni diferiram significativamente para um limite de confiança de 95 % ($P = 0,05$), o que revela que os maiores teores de metais se concentravam na camada superficial.

Por outro lado, a avaliação da diferença entre os teores de metais dos protótipos com incorporação de lodo e os protótipos testemunhas, apenas nas camadas superficiais, demonstrou que os teores diferiram significativamente para todos os metais ($P = 0,05$).

A última análise realizada foi entre o solo coletado antes da aplicação do lodo (coleta “0”) e o solo das Coletas de “1” a “4”, efetuadas ao longo do tempo, nas camadas superficiais, e mais uma vez a maioria desses valores diferiram para $P = 0,05$, variando de 75% para o Ni a 94% para o Zn, comprovando que a aplicação de lodo elevou a quantidade de metais no perfil de 0 a 5 cm, tanto em relação aos protótipos testemunhas quanto em relação à coleta “0”. Os resultados da análise estatística são mostrados no Anexo XII.

Na Figura 14 está representada a avaliação da correlação dos metais pseudo-totais com o percentual de matéria orgânica no solo, nas coletas de “1” a “4” (realizadas após a incorporação do lodo) para Cu, Cr e Ni, e nas coletas de “1” a “3” para Zn e Ni, incluído todos os protótipos, no perfil de até 5 cm de profundidade. Foram obtidos coeficientes de correlação (R^2) variando entre 0,71 e 0,90, revelando uma tendência de crescimento linear do teor de metais com o aumento no percentual de matéria orgânica do solo.

Dessa forma, a tendência seria que protótipo de 100 t.ha⁻¹ apresentasse os maiores teores de metais no solo, por possuir a maior taxa de aplicação e também por haver recebido as maiores quantidades de lodo nas pesquisas anteriores. No entanto, tendo em vista as grandes variações observadas nos teores de metais na camada de 0 a 5 cm ao longo das coletas (Figuras 10 a 13), possivelmente em decorrência da heterogeneidade das amostras quanto ao teor de matéria orgânica dos solos (vide Anexo VII), essa tendência não ficou clara.

Ainda devido à heterogeneidade das amostras coletadas não foi possível realizar uma avaliação do comportamento no teor de metais pseudo-totais no solo ao longo do tempo, o que exigiria um maior intervalo de tempo de coleta das amostras.

Tendo em vista as equações de reta obtidas para os cinco metais na Figura 14, o Zn foi o metal mais influenciado pelo aumento no teor de matéria orgânica, apresentando o maior coeficiente angular. A ordem decrescente dessa influência foi: Zn>Cu>Pb>Cr>Ni.

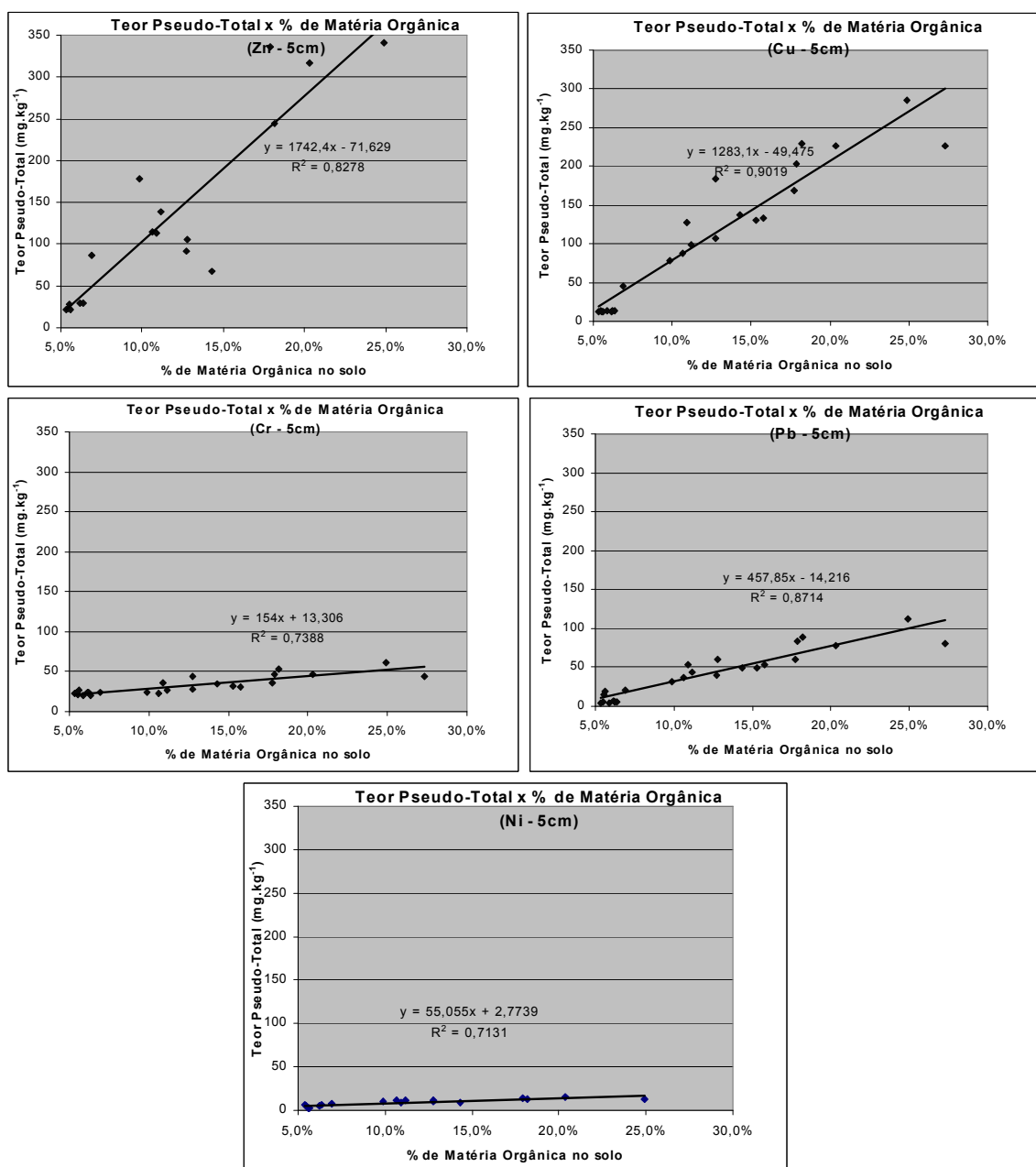


Figura 14 – Correlação do teor de metais pseudo-totais com o percentual de matéria orgânica do solo na profundidade de 5 cm.

Os metais potencialmente biodisponíveis foram determinados por duas metodologias, utilizando-se a extração por HCl 0,5 mol.L⁻¹ e a complexação com o DTPA 0,005 mol.L⁻¹. Os resultados são mostrados nas Figuras 15 a 17, comparando-os com os metais pseudo-totais ao longo das coletas, para zinco e cobre (perfis de 0 - 5 cm e 5 - 25 cm), chumbo e cromo (perfil de 0 - 5 cm). O Ni apresentou teores biodisponíveis muito baixos para uma representação gráfica adequada na faixa de concentração utilizada (0 a 200 mg.kg⁻¹). Todos os valores obtidos para os metais potencialmente biodisponíveis estão contidos nos Anexos III e IV.

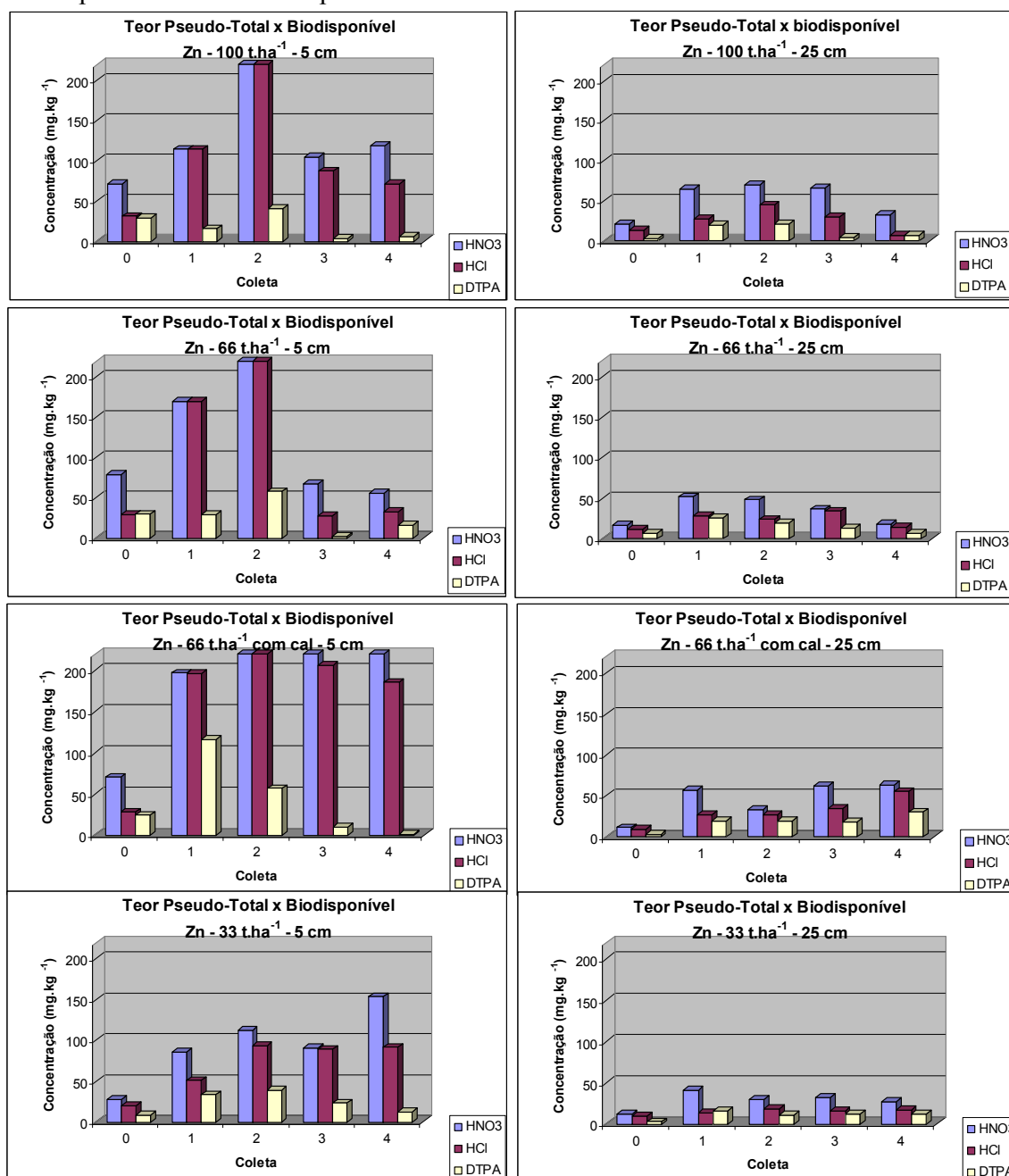


Figura 15 – Variação do zinco ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

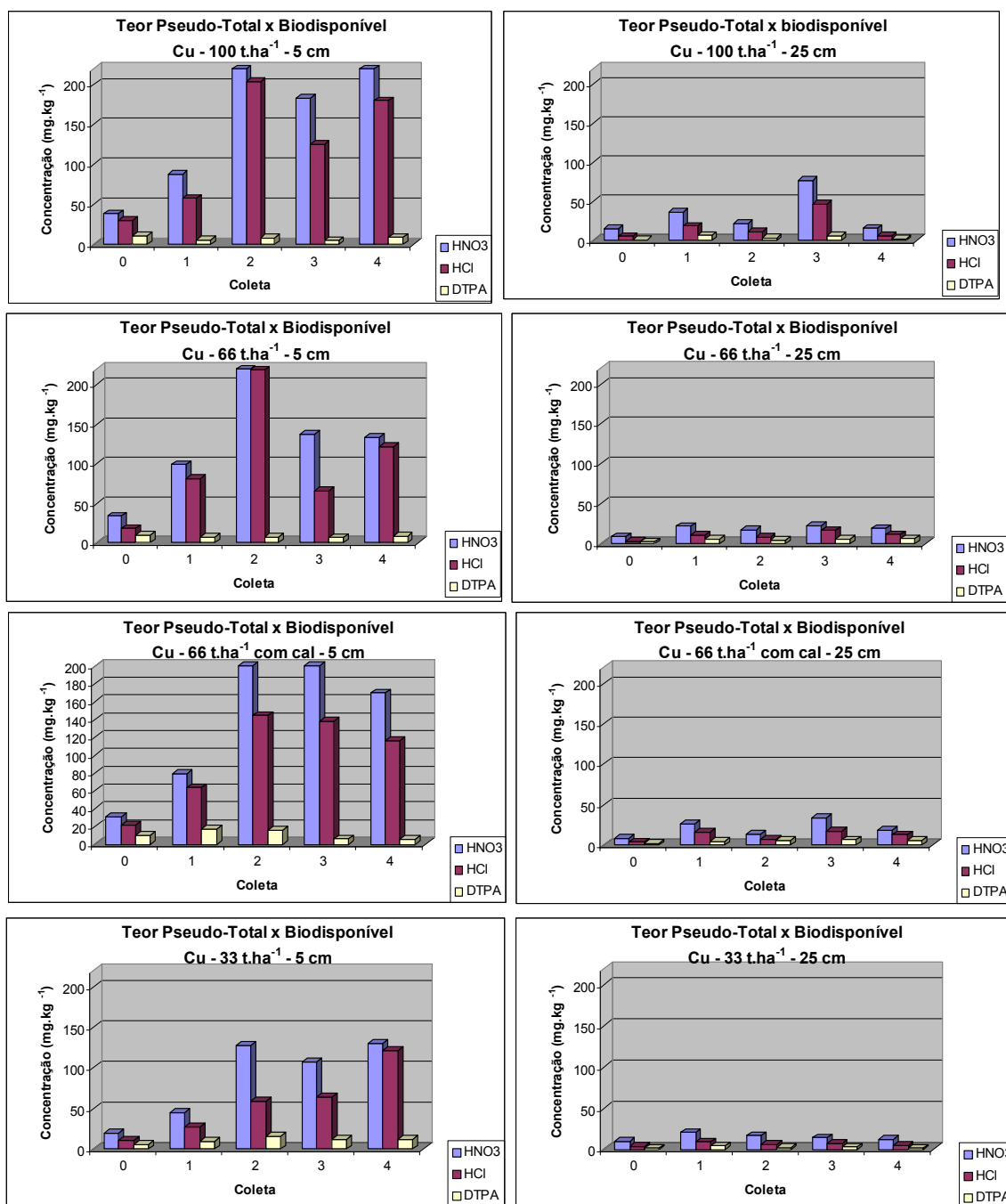


Figura 16 – Variação do cobre ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

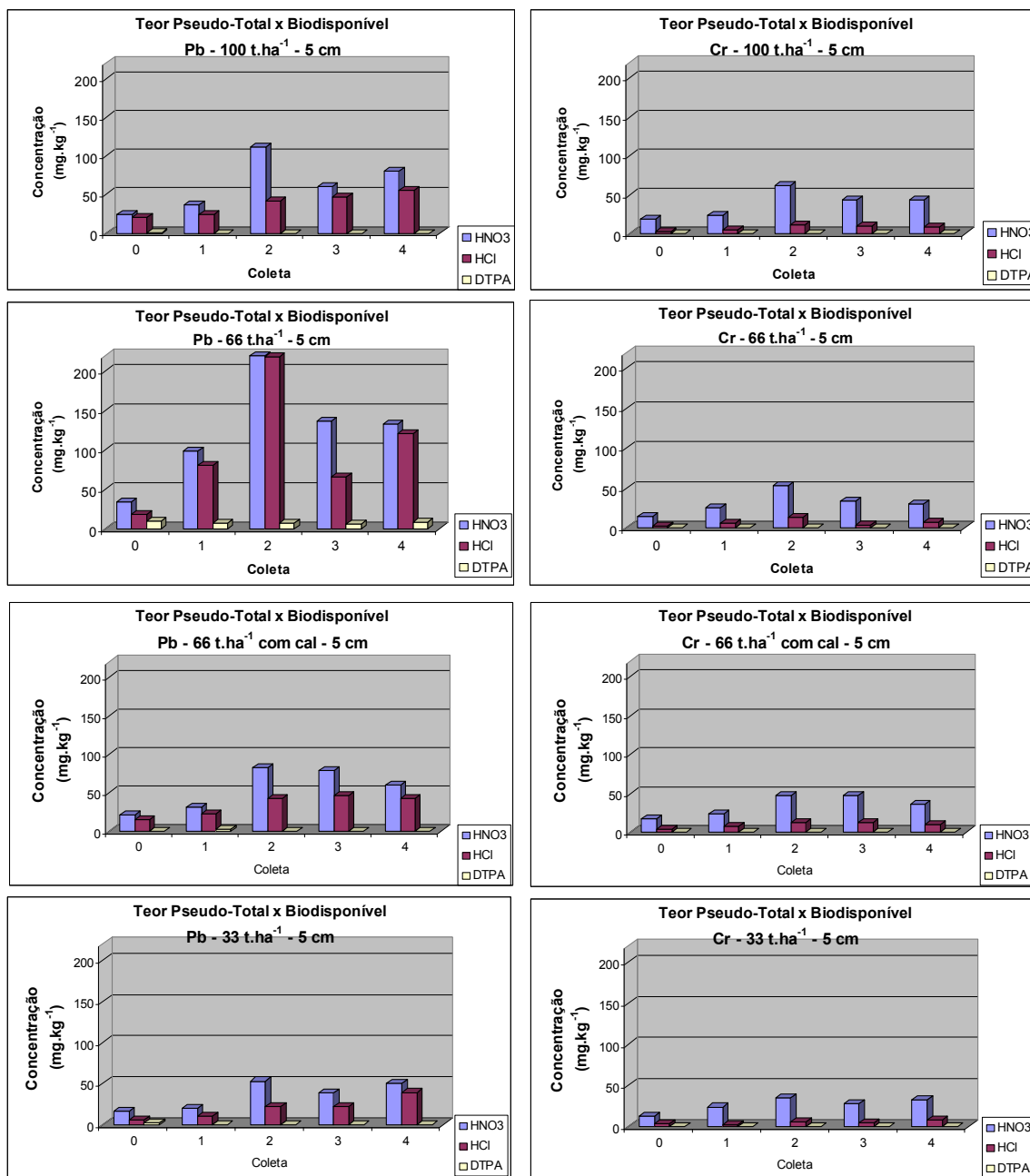


Figura 17 – Variação do chumbo e do cromo ao longo tempo, na forma pseudo-total e biodisponível. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

O teste de “T” de dados pareados foi utilizado para comparar os valores obtidos nas duas metodologias de determinação dos teores potencialmente biodisponíveis, além da comparação entre os teores pseudo-totais e biodisponíveis. As análises foram realizadas por protótipo e ao longo dos perfis de profundidade do solo

Na comparação entre as duas metodologias utilizadas na obtenção dos teores biodisponíveis, os valores obtidos não diferiram significativamente para os metais analisados ($P = 0,05$), na maioria das amostras, variando do 67% de Pb a 92% do Zn e Cr, observando-se **todas as profundidades**. No entanto, analisando-se apenas o perfil de solo de até 5 cm de profundidade, os teores obtidos por HCl foram superiores aos obtidos por DTPA, o que revelou que para maiores concentrações de metais no solo as metodologias passaram a divergir. Os resultados são apresentados no Anexo XII.

A análise das correlações dos teores biodisponíveis com o percentual de matéria orgânica e com o pH solo (Figuras 18 e 19), apenas na coleta “1”, incluindo todos os protótipos e todos os perfis de profundidade do solo, indica que a extração por HCl apresentou melhor correlação com a matéria orgânica, com coeficientes de correlação variando entre 0,86 e 0,96, enquanto o DTPA se correlacionou melhor com o pH, observando-se apenas o Zn e o Cu, com valores de 0,90 e 0,77, respectivamente, utilizando-se ajuste polinomial em todos os casos. A correlação da extração por DTPA com a matéria orgânica apresentou coeficientes de correlação abaixo de 0,56, enquanto na análise entre o pH e a extração por HCl os valores ficaram abaixo de 0,71, com um coeficiente médio de 0,63. Ni, Pb e Cr não foram detectados na extração por DTPA.

Observou-se, dessa maneira, que a extração por HCl sofreu maior influência do teor de matéria orgânica do solo, apresentando comportamento semelhante à extração pseudo-total, como se pode verificar nas figuras 15 a 17, enquanto a extração por DTPA foi mais influenciada pelo pH do solo.

Na comparação entre a extração por HNO_3 6 mol.L⁻¹ (pseudo-total) com o HCl 0,5 mol.L⁻¹, para $P = 0,05$, os valores obtidos na primeira extração foram superiores à segunda; o mesmo resultado foi obtido entre o HNO_3 e o DTPA, para todos os metais analisados.

Analisando-se a extração por HCL, observa-se que a taxa de 33 t.ha⁻¹ pode ser considerada a mais adequada para uma aplicação de lodo com fins agrícolas, tendo em vista apresentar os menores potenciais de biodisponibilidade.

Já em relação à extração por DTPA, a análise indica que as três taxas de aplicação pesquisadas podem ser utilizadas na agricultura, uma vez que os potenciais biodisponíveis sofreram pouco acréscimo com o incremento na quantidade de lodo incorporado ao solo. Para restringir a disponibilidade dos metais os resultados indicam que é mais importante a elevação do pH da mistura solo/lodo do que a taxa de aplicação a ser utilizada.

As curvas contidas nas Figuras 18 e 19, em relação ao pH, apresentaram valores crescentes com o teor de metais entre o pH de 4 a 4,5, o que é explicado pela inclusão dos valores obtidos no protótipo de 66 t.ha⁻¹ com calagem, a qual eleva o pH; valores menores dos metais, em pH próximo a 4, correspondem aos perfis de profundidade mais profundos. Em relação à matéria orgânica do solo, as curvas obtidas por ajuste polinomial poderiam ser ajustadas também por retas, apresentando coeficientes de correlação ligeiramente inferiores aos obtidos com os polinômios.

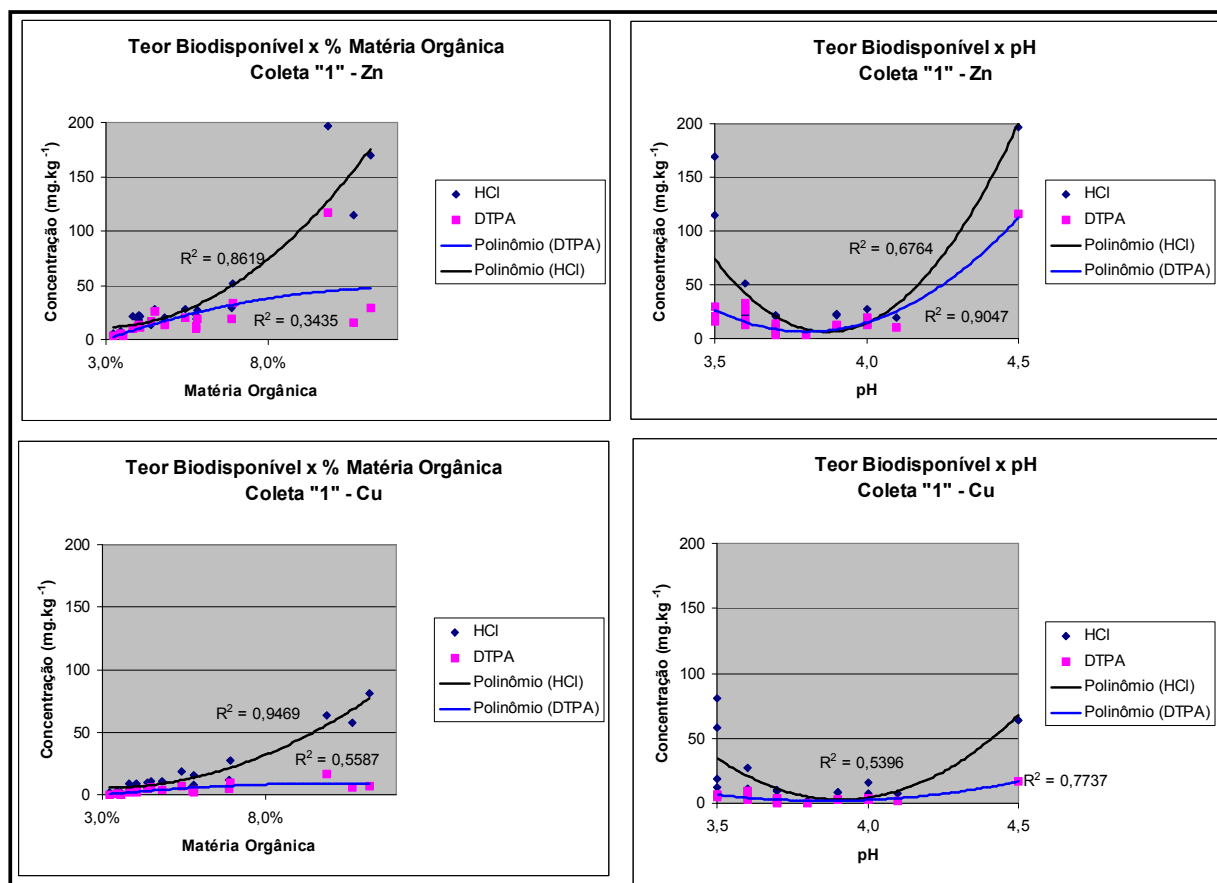


Figura 18 – Correlações dos teores biodisponíveis de Zn e Cu com o teor de matéria orgânica e com o pH do solo, nos protótipos com incorporação de lodo, para a coleta "1".

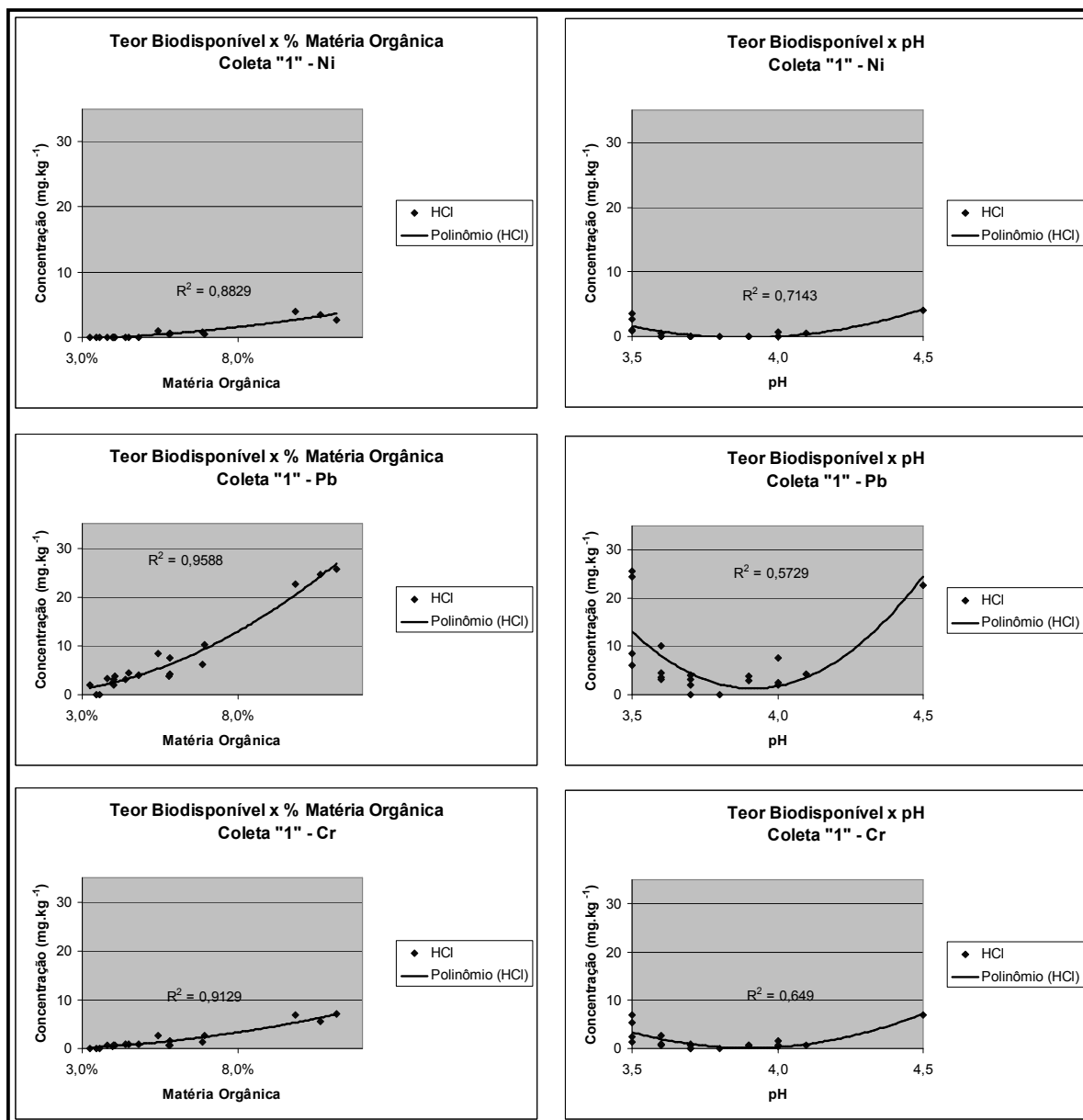


Figura 19 – Correlações dos teores biodisponíveis de Ni, Pb e Cr com o teor de matéria orgânica e com o pH do solo, nos protótipos com incorporação de lodo, para a coleta "1".

A partir da análise do percentual de biodisponibilidade, apresentado no anexo XI, que corresponde à razão entre os teores de metais potencialmente disponíveis e os teores pseudo-totais, verifica-se que esses percentuais sofreram influência da profundidade do solo, do metal analisado e do tipo de extração utilizada.

Em relação ao HCl, o Zn apresentou, antes da incorporação, percentuais crescentes com o aumento na profundidade do solo, provavelmente em decorrência da mobilidade desse elemento,

mas após a incorporação do lodo os percentuais passaram a ser decrescentes ou com pequenas variações. Para os demais metais o comportamento foi sempre decrescente, influenciado pelos maiores teores de metais na superfície e pela baixa mobilidade desses elementos.

Quanto ao DTPA, os percentuais nas camadas superficiais foram menores que nas camadas mais profundas, o que indica que os teores biodisponíveis não variaram com a profundidade do solo, apesar dos teores pseudo-totais estarem concentrados na superfície. Ni, Pb, Cr e Cd apresentaram teores muito pequenos ou não detectados, não sendo possível o cálculo desse percentual.

A influência da calagem no percentual de biodisponibilidade foi pequena, tendo em vista que o lodo reduziu o pH do protótipo com calagem.

Comparando-se os metais entre si, observou-se que a seqüência decrescente mais comum desse percentual para a extração por HCl foi: $Zn = Cu = Pb > Cr$, enquanto a seqüência mais comum para o DTPA foi: $Zn > Cu > Pb = Cr$. Nas duas seqüências obtidas, o Zn foi o metal com maior potencial de biodisponibilidade, enquanto o Cr foi o que apresentou os menores percentuais. Houve discrepância no caso do Cu e do Pb, uma vez que na extração por HCl esses metais apareceram tão biodisponíveis quanto o Zn, enquanto com o DTPA esses percentuais foram menores. O Níquel não foi incluído nessa análise, pois os teores pseudo-totais foram baixos e os biodisponíveis não foram detectados, inviabilizando o estudo. A tabela com as comparações entre os percentuais de biodisponibilidade dos metais, utilizando-se o Teste “T” de dados pareados, é mostrada no Anexo XII.

A avaliação do extrator que melhor se correlaciona com o potencial biodisponível dos metais deve incluir a análise do acréscimo no teor de metais em uma cultura agrícola, com a incorporação do lodo de esgoto, o que não ocorreu no experimento. No entanto, comparando-se os resultados obtidos com as informações bibliográficas pesquisadas, observou-se que na extração por DTPA o comportamento dos metais no solo foi mais coerente com essas informações que a extração por HCl, uma vez que o cobre e o chumbo tendem a apresentar uma baixa biodisponibilidade, em conformidade com os resultados obtidos na extração por DTPA, já que, segundo McBride (1994), o cobre é adsorvido fortemente à matéria orgânica e aos óxidos de Fe, Al e Mn, além dos argilominerais, enquanto o chumbo se complexa fortemente à matéria orgânica, sendo considerado o menos móvel dos metais.

5.3.3 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL

Os resultados obtidos na extração sequencial dos metais analisados para as coletas “0” e “4”, a primeira realizada antes da aplicação de lodo, e a segunda correspondente à última coleta realizada oito meses após a incorporação do lodo, são apresentados nas Figuras 20 a 24 para os quatro protótipos que receberam aplicações de lodo. O níquel foi detectado apenas no protótipo de 100 t.ha⁻¹.

Uma comparação foi realizada entre a soma dos teores obtidos pelo fracionamento sequencial e os valores pseudo-totais, utilizando-se o método de comparação de duas médias, para $P = 0,05$, e verificou-se que mais de 75% das amostras analisadas não diferiram significativamente, o que indica que há compatibilidade entre a quantidade de metais extraídas pelo HNO₃ e a extração sequencial. No entanto, além do aspecto quantitativo, é importante avaliar a extração quanto à sua correta distribuição entre as formas do metal no solo, o que pode variar em função do tipo de solução utilizada e do tempo e da intensidade de contato do solo com essa solução.

No caso do zinco, observou-se na coleta “4” um aumento significativo no teor de metais nas formas solúvel e trocável em todos os protótipos, tendo em vista que, segundo McBride (1994), em solos ácidos o Zn apresenta uma mobilidade média, permanecendo na forma trocável nas argilas e na matéria orgânica.

Na forma ligada à matéria orgânica, o aumento de Zn ocorreu para os protótipos de 100 e 33 t.ha⁻¹, sem calagem, e de 66 t.ha⁻¹ com cal, todos por influência direta da adição de lodo. Já na forma redutível, apenas o solo que sofreu calagem com 66 t.ha⁻¹ sofreu alterações, por influência dos carbonatos. O aumento na forma residual ocorreu possivelmente pela deficiência na extração de metais que ocorreu nas etapas anteriores, uma vez que a incorporação ou dissolução de metais na estrutura interna das argilas pode levar até centenas de anos. Esse aumento foi verificado também destacadamente para o Cu e o Pb.

Já para o cobre, o crescimento nos teores metálicos foi detectado nas formas ligada à matéria orgânica, redutível (destacadamente no protótipo de 66 t.ha⁻¹ com cal) e na forma residual, não revelando variações na forma solúvel e trocável, esta última em conformidade com os resultados obtidos na extração por DTPA, indicando uma biodisponibilidade menor que o Zn. Dessa maneira, o Cu tende a se apresentar em diversas formas químicas no solo, uma vez que esse elemento se complexa fortemente tanto com o húmus presente na matéria orgânica quanto com os óxidos de Mn, Al e Fe, além dos argilominerais.

Em relação ao cromo observou-se um aumento em sua forma redutível para todas as taxas de aplicação, além de pequena elevação na forma residual para o protótipo de 66 t.ha⁻¹ com cal e na forma ligada à matéria orgânica para os demais protótipos, revelando sua baixa biodisponibilidade, confirmado nas extrações por HCl e por DTPA, em concordância com a bibliografia consultada. De acordo McBride (1994), o Cr, em condições ácidas e com matéria orgânica presente no solo, ocorre em grande parte no estado de oxidação 3⁺, podendo se complexar fortemente com a matéria orgânica e ser adsorvido quimicamente aos óxidos e silicatos de argila.

Em relação ao chumbo, as variações foram percebidas destacadamente para a fração ligada à matéria orgânica e para a fração residual, revelando também uma baixa biodisponibilidade e solubilidade, em conformidade com a extração por DTPA. O Pb é considerado o menos móvel dos metais pesquisados, demonstrando grande afinidade pela matéria orgânica incorporada ao solo.

A extração seqüencial do níquel foi obtida apenas no protótipo de 100 t.ha⁻¹, apresentando um aumento significativo apenas na fração redutível, tendo em vista que, segundo McGrath (1995), em condições ácidas e redutoras (caso do protótipo em análise), os sulfetos de Ni controlam a concentração desse metal no solo.

Para uma análise mais precisa da redistribuição do Ni e do Cd no solo após a incorporação do lodo, seria necessária a utilização de equipamentos que possam detectar menores concentrações de metais na amostra.

O teste “T” foi utilizado para comparar as frações solúveis e trocáveis obtidas na extração seqüencial com os teores potencialmente disponíveis determinados por HCl e DTPA na profundidade de 5 cm (Anexo XII). Para o zinco os valores não diferiram significativamente, uma vez que a maior parte do zinco já se encontra nas formas solúvel e trocável; em relação ao cobre, os teores biodisponíveis foram superiores aos da extração seqüencial, considerando-se que grande parte do Cu estava ligado à matéria orgânica e foi dissolvido nas extrações potencialmente biodisponíveis; já no caso do chumbo e do cromo, os teores obtidos na extração por HCl foram superiores aos teores solúveis e trocáveis, enquanto na extração por DTPA os valores não diferiram da extração seqüencial, o que indica que na extração por HCl podem ter sido dissolvidos metais ligados à M.O. que não se encontram necessariamente nas formas solúvel ou trocável.

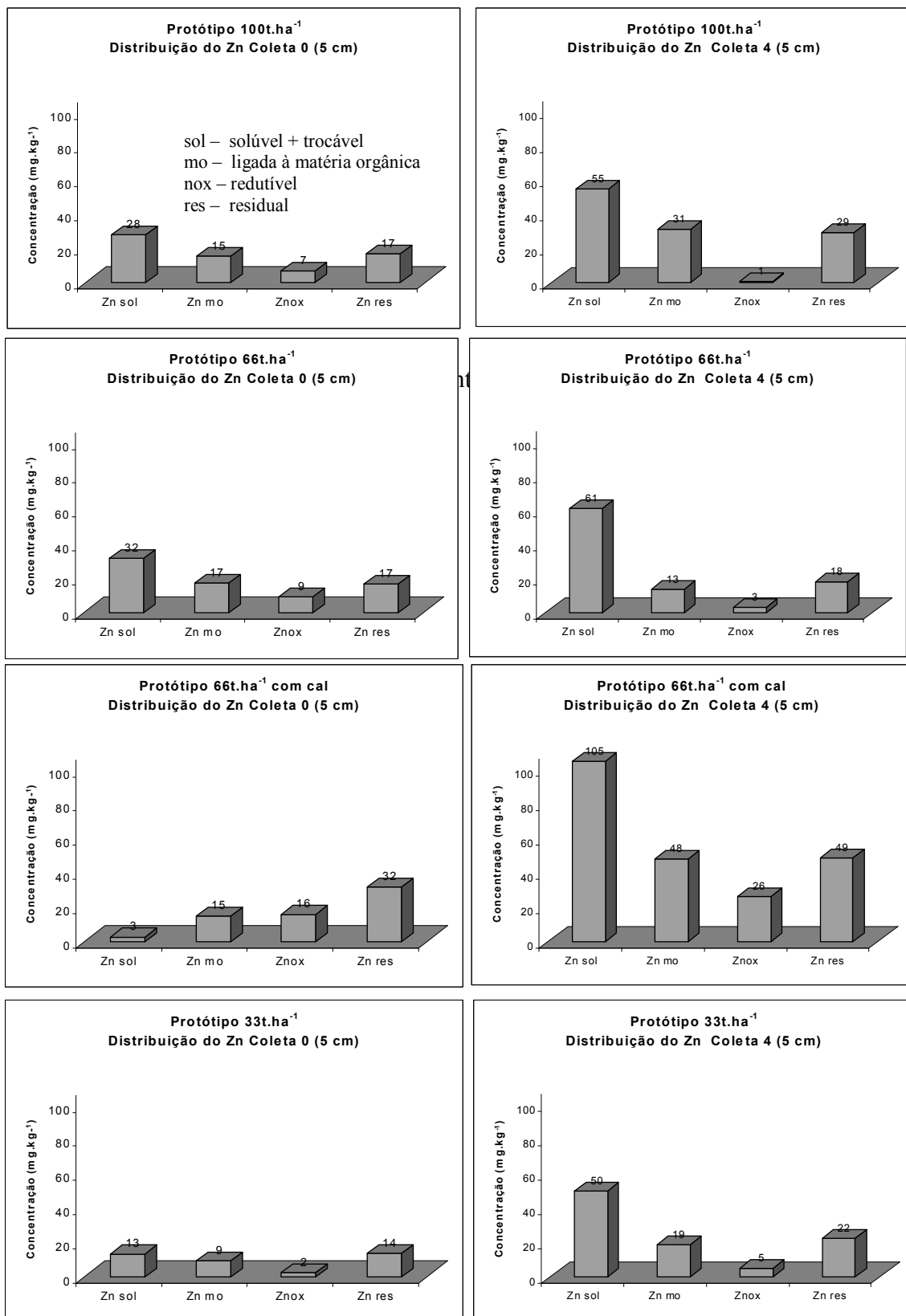


Figura 20 – Fracionamento sequencial obtido para o Zn nas coletas “0” e “4”. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

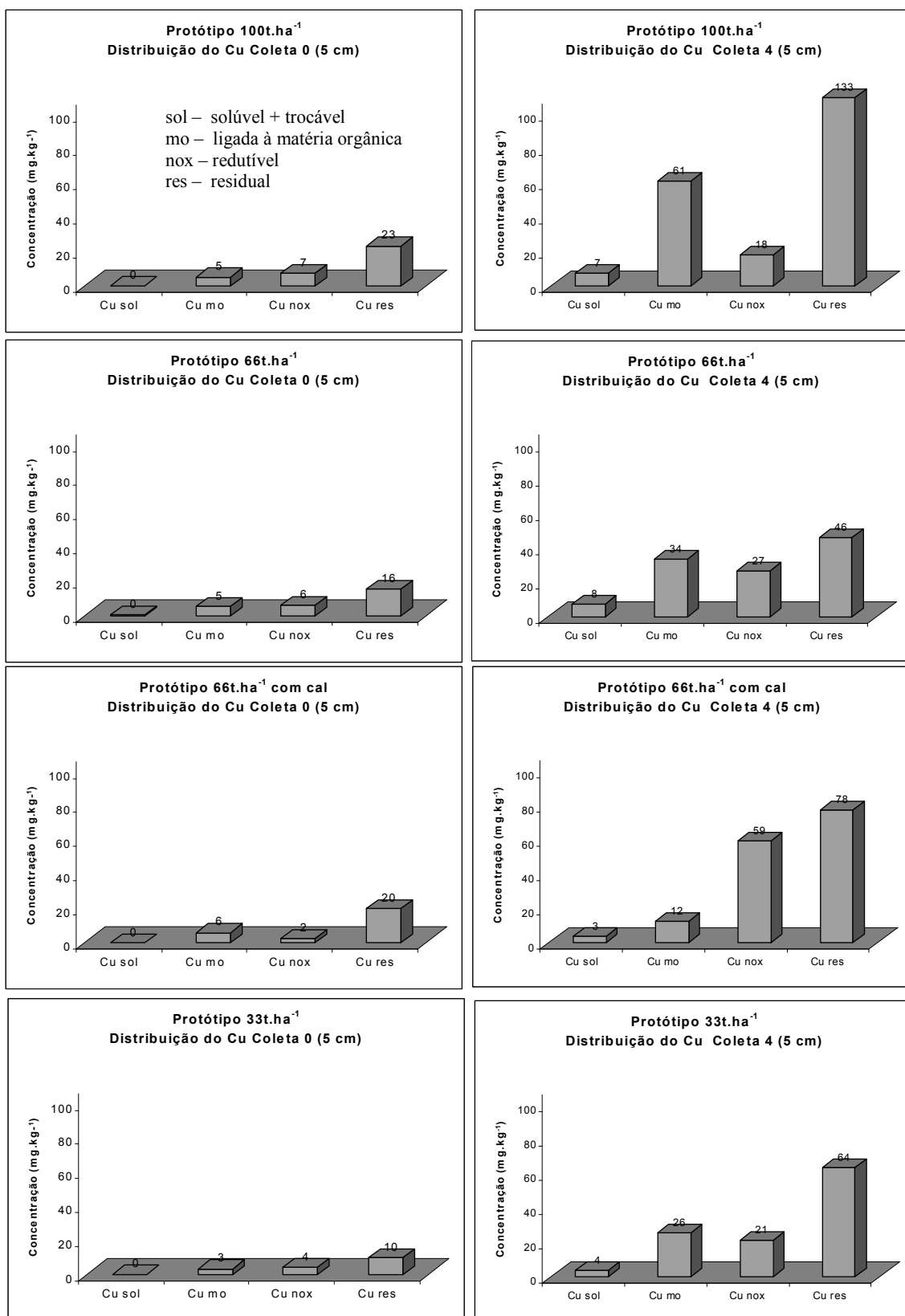


Figura 21 – Fracionamento sequencial obtido para o Cu nas coletas “0” e “4”.
Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

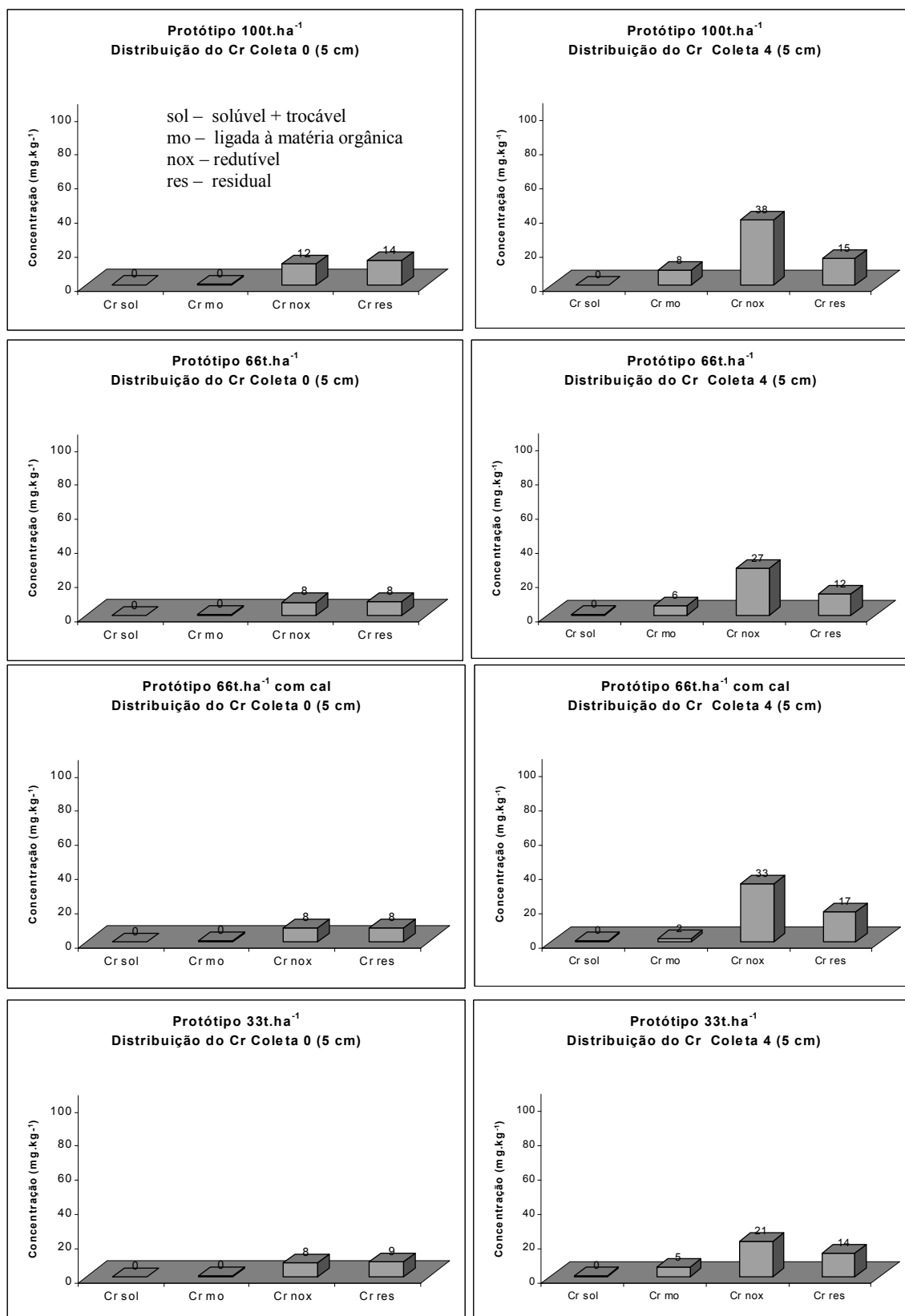


Figura 22 – Fracionamento sequencial obtido para o Cr nas coletas “0” e “4”.
Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

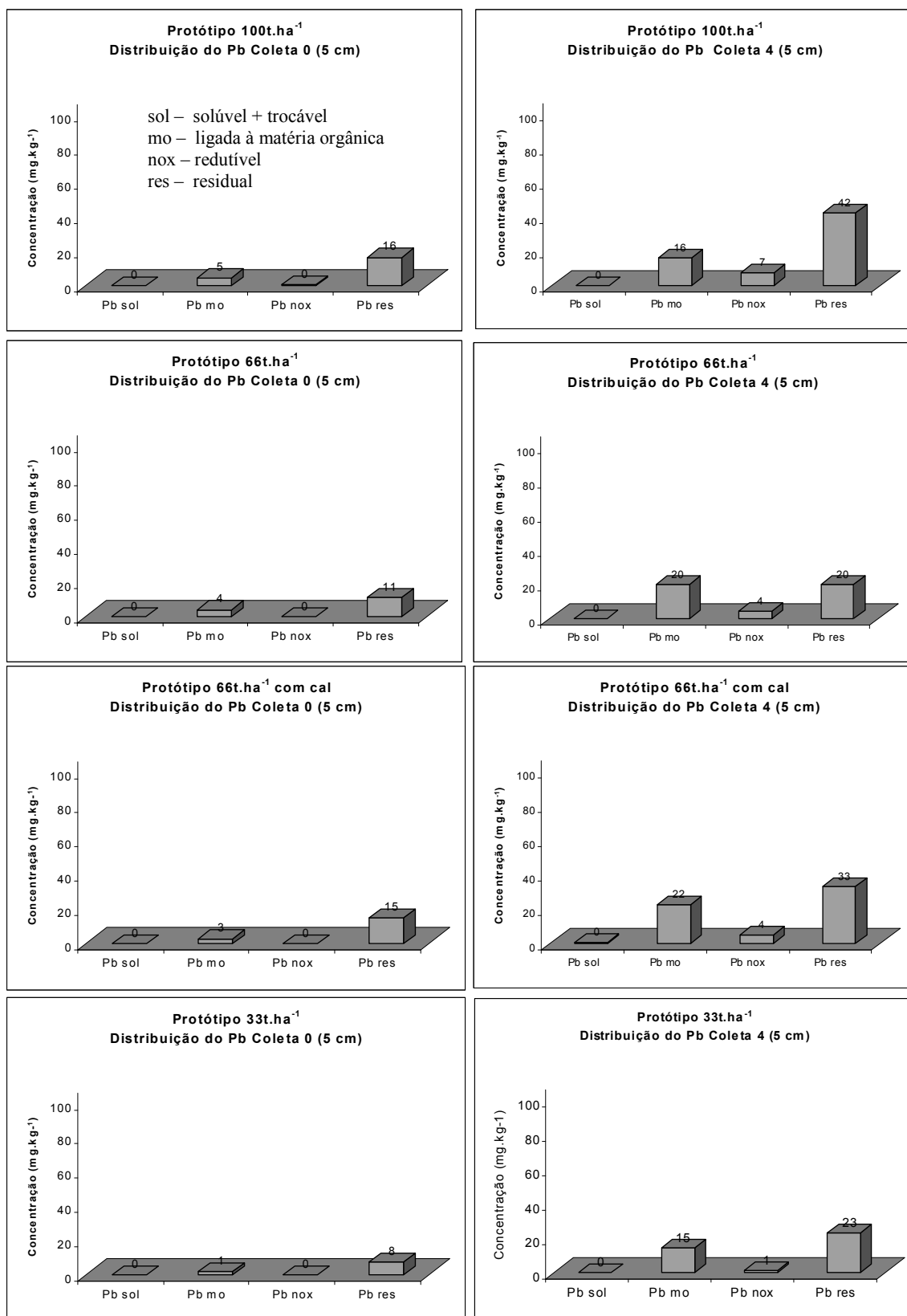


Figura 23 – Fracionamento sequencial obtido para o Pb nas coletas “0” e “4”. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

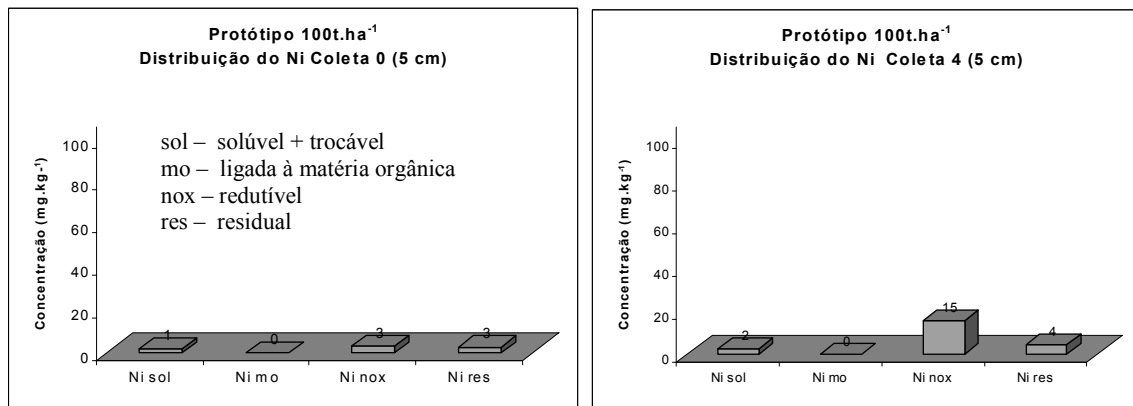


Figura 24 – Fracionamento sequencial obtido para o Ni nas coletas “0” e “4”. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

5.4 ANÁLISE DO PERCOLADO

Na Figura 25 são apresentadas as variações na concentração de zinco nas amostras de líquido percolado, obtidas nos coletores de drenagem livre ao longo das coletas “0” a “3”, para as profundidades do solo de 25 e 50 cm. Os valores obtidos para o Cu, Ni, Cd e Cr ficaram abaixo do limite de detecção do equipamento utilizado, e o Pb foi detectado em concentrações próximas ao limite de detecção e sua representação gráfica não foi utilizada. O zinco não foi detectado nas profundidades de 75 e 100 cm.

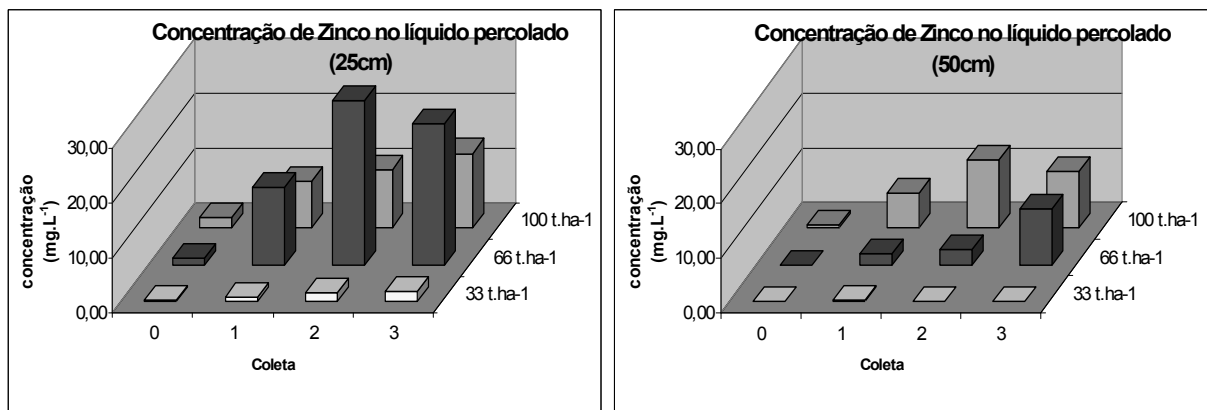


Figura 25 – Variações na concentração de zinco no líquido percolado ao longo das coletas, para as profundidades de 25 e 50cm. Resultados médios de duas repetições das análises de laboratório.

Tendo em vista os resultados contidos na Figura 25 observa-se que a concentração de zinco no líquido percolado aumentou ao longo das coletas de “1” a “3” para as profundidades de 25 e 50 cm, apenas nos protótipos de 100 t.ha⁻¹ e 66 t.ha⁻¹, o que indica a mobilidade do zinco para maiores taxas de aplicação de lodo e a menores valores de pH, em relação aos demais metais estudados.

As concentrações obtidas para a taxa de 66 t.ha⁻¹ foram superiores às obtidas na taxa de 100 t.ha⁻¹, o que pode ser explicado observando-se a extração sequencial do Zn apresentado na Figura 20. No protótipo de 100 t.ha⁻¹ uma fração maior do Zn apareceu ligado à matéria orgânica (boa parte insolúvel em pH ácido), em relação ao protótipo de 66 t.ha⁻¹, enquanto a fração solúvel e trocável do primeiro protótipo foi inferior ao segundo.

Os valores obtidos no protótipo de 66 t.ha⁻¹ com cal não foram incluídos na Figura 25, pois a quantidade de amostra obtida nos coletores de drenagem livre foi insuficiente para análise, possivelmente devido a problemas de entupimento nesses coletores.

Apesar dos demais metais analisados não apresentarem uma mobilidade no solo no tempo de pesquisa utilizado, ao longo das décadas as complexas interações no solo, com a mineralização da matéria orgânica do lodo e as condições de acidez elevada, podem tornar esses elementos mais solúveis e móveis, propiciando a sua lixiviação para o lençol.

6 CONCLUSÕES

Após as avaliações e discussões realizadas, foram obtidas as seguintes conclusões:

Os metais incorporados ao solo pelo lodo de esgoto se concentraram em grande parte nas camadas superficiais dos protótipos, apesar do pH ácido em que o solo se encontrava, fato que geralmente aumenta a mobilidade dos metais no solo. Essa concentração mais elevada dos metais na superfície do solo se deveu em grande parte à imobilidade da matéria orgânica do lodo no solo, que se concentrou destacadamente no perfil de 0 a 5 cm, tendo em vista que a concentração de metais pseudo-totais foi proporcional ao teor de matéria orgânica incorporado ao solo, correspondendo à principal fonte de metais no lodo. Vale destacar que em pH ácido boa parte das substâncias húmicas, presentes na matéria orgânica e responsáveis pela complexação dos metais, se tornam insolúveis.

Os precipitados insolúveis, correspondentes aos sulfatos, carbonatos, fosfatos e outros compostos formados com os metais por precipitação ou co-precipitação, também contribuíram, por sua vez, na imobilização desses metais na superfície do solo, identificados especialmente no protótipo que havia recebido aplicação de cal em pesquisas anteriores (67 t ha^{-1} com cal).

O zinco foi o elemento que apresentou a maior mobilidade e potencial de biodisponibilidade no solo dentre os metais estudados, aparecendo em grande parte nas formas solúvel e trocável, o que indica que a maior biodisponibilidade de um metal pode aumentar a sua mobilidade e lixiviação, especialmente em solos com baixa CTC ou baixa capacidade de adsorção específica.

O cromo demonstrou ser um metal com baixo potencial de biodisponibilidade e mobilidade, encontrando-se preferencialmente na forma de precipitados insolúveis, por reações de oxi-redução.

O chumbo, por sua vez, apresentou boa afinidade com a matéria orgânica, podendo encontrar-se na forma solúvel ou insolúvel dependendo do pH do solo e da fração predominante do húmus na matéria orgânica: humina, ácido húmico ou ácido fúlvico (ALLOWAY, 1995). Na dissolução por HCl, esse elemento apresentou grande potencial de biodisponibilidade, em função da extração de parte do elemento ligado à matéria orgânica, enquanto na complexação por DTPA

e na extração seqüencial o metal demonstrou baixo potencial, mais compatível com a bibliografia consultada.

Já o cobre apareceu ligado à matéria orgânica do solo e na forma de precipitados insolúveis, apresentando-se em concentrações muito pequenas na forma solúvel e trocável da extração seqüencial e na extração por DTPA.

O níquel foi detectado em concentrações menores no solo, apenas no protótipo com maior taxa de aplicação de lodo, apresentando-se apenas na forma redutível.

Os valores obtidos para o cádmio ficaram abaixo do limite de detecção do equipamento utilizado na determinação de metais, e sua análise, assim como a do níquel, necessita de metodologias ou equipamentos que possam determinar menores concentrações de metais.

A partir da análise do percentual de biodisponibilidade dos metais, correspondente à relação entre os teores potencialmente biodisponíveis e os teores pseudo-totais, observou-se que a seqüência decrescente mais comum para a extração por HCl foi: $Zn = Cu = Pb > Cr$, enquanto a seqüência mais comum para o DTPA foi: $Zn > Cu > Pb = Cr$. Para o Zn e o Cr, as duas seqüências foram concordantes, mas em relação ao Cu e ao Pb a extração por HCl apresentou percentuais de biodisponibilidade superiores ao DTPA e às frações solúvel e trocável na extração seqüencial, apresentando-se em contradição com a teoria pesquisada, já que boa parte da bibliografia encontrada indica uma seqüência de biodisponibilidade mais próxima à obtida pelo DTPA.

O estudo de mobilidade dos metais pela análise do líquido obtido nos coletores de drenagem livre revelou a mobilidade apenas do zinco, mesmo a um pH ácido, tendo esse elemento sido detectado em profundidades de até 50 cm. No entanto, o Zn poderá atingir maiores profundidades, com o passar do tempo. Os demais metais não foram detectados em concentrações expressivas nos coletores de drenagem livre, no entanto, as complexas interações que ocorrem no solo ao longo de décadas podem propiciar a solubilização e lixiviação desses elementos no solo, o que demanda uma análise permanente nos protótipos utilizados ao longo de vários anos, sem a realização de novas incorporações de lodo ao solo.

Essa mobilidade do Zn, assim como a do Cd, outro elemento com alta mobilidade no solo, revelam a necessidade constante e permanente de monitoramento do lençol freático em áreas com incorporação do lodo, especialmente em regiões em que as águas subterrâneas se encontram mais próximos à superfície do solo.

As frações dos metais ligados à matéria orgânica foram elevadas após a incorporação do lodo, revelando a sua importância na retenção de metais no solo. Apenas em longo prazo, com a mineralização da matéria orgânica incorporada ao solo pelo lodo, será possível a avaliação da nova distribuição das formas químicas dos metais no solo e em sua solução, e a qual das duas teorias - da “bomba relógio” ou do platô – a dinâmica dos metais no solo vai mais se aproximar. Entretanto, considerando que o solo utilizado no experimento possui um teor de argila elevado, boa parte dos metais poderá ser adsorvida aos argilominerais e aos óxidos de Fe, dependendo das condições de pH e de oxi-redução do solo.

A calagem do solo propiciou o aumento nas frações de metais na forma redutível, restringindo a disponibilidade de metais, no entanto, o efeito da elevação do valor de pH do solo pela cal foi anulado quando da incorporação do lodo, permanecendo em condições ácidas.

O tempo de coleta utilizado na pesquisa foi insuficiente para avaliar alterações significativas nas formas químicas dos metais, em função da mineralização da matéria orgânica do solo, após a incorporação do lodo, uma vez que as variações observadas nos percentuais de matéria orgânica estavam mais relacionadas à heterogeneidade das amostras coletadas e menos à degradação da matéria orgânica do lodo incorporado ao solo, a qual pode levar dezenas de anos, uma vez que o lodo utilizado já havia sido estabilizado na estação de tratamento de esgotos onde foi obtido.

7 RECOMENDAÇÕES

Para o desenvolvimento das futuras pesquisas sobre a dinâmica de metais potencialmente tóxicos no solo, recomenda-se:

- Em relação aos protótipos utilizados na presente pesquisa, realizar nova extração sequencial do solo **muitos anos** após a incorporação do lodo, avaliando as alterações em relação à forma química do metal com o tempo, verificando em qual das duas teorias sobre a biodisponibilidade dos metais no solo – teoria da “bomba relógio” ou teoria do “platô” – as amostras pesquisadas se enquadram;
- Realizar o plantio de uma cultura agrícola nos protótipos e verificar qual dos extratores utilizados para a determinação dos teores biodisponíveis melhor se correlaciona com a concentração de metais nas plantas;
- Aumentar o número de repetições de protótipos com a mesma taxa de aplicação de lodo e diminuir a quantidade de taxas de aplicação avaliadas, propiciando um tratamento estatístico mais aprimorado às análises;
- Avaliar o potencial de oxi-redução do solo ao longo das coletas, a fim de se aprimorar a análise sobre a solubilidade dos metais no solo, uma vez que, segundo Alloway (1995,) as reações de oxi-redução causam uma apreciável redistribuição dos elementos, tanto por meio da dissolução de minerais quanto pela precipitação;
- Quantificar as substâncias húmicas presentes na matéria orgânica do lodo de esgoto, uma vez que essas substâncias têm um papel fundamental no controle da mobilidade e biodisponibilidade de metais potencialmente tóxicos em solos ricos em matéria orgânica;
- Pesquisar solos em regiões agrícolas que receberam aplicações de lodo de esgoto em décadas anteriores, avaliando também se houve contaminação do lençol freático na localidade;
- Verificar o comportamento dos metais em outros tipos de solos tropicais que receberam aplicação de lodo.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AANALYST 100/300. *Atomic Absorption Spectrometers - Software Guide*. PerkinElmer instruments. Published in August of 2000.

AHNSTROM Z.S., PARKER D.R. Development and assessment of a sequential extraction procedure for the fractionation of soil cadmium. *Soil Science Society of America Journal*. v.63 (6), p.1650-1658, 1999.

ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap 1, 2 e 6.

APHA, AWWA, WEF. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 19ª edição. Washington, 1998.

ARAÚJO, W. S., AMARAL SOBRINHO, N. M. B., MAZUR, N., GOMES, P. C. Relação entre adsorção de metais pesados e atributos químicos e físicos de classes de solo do Brasil. Seção II – Química e Mineralogia do Solo. *Revista Brasileira de Ciências do Solo*, v.26, p.17-27, 2002.

BAKER, D. E. SENFT, J. P. Copper. In: ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap. 8.

BARRETO, A. dos S. *Estudo da distribuição de metais em ambiente lótico, com ênfase na assimilação pelas comunidades biológicas e na sua quantificação nos sedimentos e água*. Tese de Doutorado apresentado à EESC, Universidade de São Paulo. São Carlos, 1999.

BARRY, G .A., CHUDEK, P. J., BEST, E. K., MOODY, P. W. Estimating sludge application rates to land based on heavy metal and phosphorus sorption characteristics of soil. *Water Research*. V.29, n. 9, p. 2031-2034, 1995.

BERTON, R S. Riscos de contaminação do agrossistema com metais pesados. **In:** BETTIOL, W.;CAMARGO O. A.(Ed.) *Impacto Ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. EMBRAPA Meio Ambiente. Jaguariúna, SP, 2000. cap. 16.

BERTON, R.S.; VALADARES, J.M.A.S.; CAMARGO, O.A. de; BATAGLIA, O.C. Peletização do lodo de esgoto e adição de CaCO₃ na produção de matéria seca e absorção de Zn, Cu e Ni pelo milho em três latossolos. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 21, n.4, p. 685-691, 1997.

BERTONCINI. E. I. *Comportamento de Cd, Cr, Cu, Ni e Zn em latossolos sucessivamente tratados com biossólido: extração seqüencial, fitodisponibilidade e caracterização de substâncias húmicas*. Tese de Doutorado apresentada à Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” , Universidade de São Paulo. Piracicaba, 2002.

BERTONCINI. E. I. *Mobilidade de metais pesados em solos tratados com lodo de esgoto*. Dissertação de Mestrado apresentada à Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” , Universidade de São Paulo. Piracicaba, 1997.

CAMARGO, O. A. Metais Pesados: Da Cosmogênese aos Solos Brasileiros (Palestra) In: XXIX CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIAS DO SOLO. Tema: Solo: Alicerce dos Sistemas de Produção. *Anais...*Ribeirão Preto, São Paulo, 2003. 1 CD-ROM.

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*. Boletim técnico nº 106. IAC. Campinas, 1986.

CETESB. *Estabelecimento de padrões de referência de qualidade e valores de intervenção para solos e águas subterrâneas no Estado de São Paulo. Relatório Parcial*. CETESB, São Paulo, 1997.

CETESB. *Aplicação de lodos de sistemas de tratamento biológico em áreas agrícolas – critérios para projeto e operação* (Manual Técnico) - P 4.230. CETESB, São Paulo, 1999.

CHANG, A.C., HYUN, H., PAGE, A.L. Cadmium Uptake for Swiss Chard Grown on Composed Sewage Sludge Treated Field Plots: Plateau or Time Bomb?. *Journal Environmental Quality*, v. 26, p. 11-19, 1997.

DAVIES, B. E. Lead. In: ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap. 9.

ELLIOTT, H.A., LIBERATI, M.R., HUANG, C.P. Competitive Adsorption of Heavy Metals by Soils. *Journal of Environmental Quality*, Vol 15, no. 3, 1986.

EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Centro nacional de Solos. *Manual de métodos de análise de solos*. 2. ed. Rio de Janeiro, 1997. 212p.

EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Centro de pesquisa de pecuária do sudeste. *Manual de laboratório: solo, água, nutrição vegetal, nutrição animal e alimentos. 1. Coleta, acondicionamento e preparos de amostras*. São Carlos, 1998. 72p.

EMBRAPA –EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. *Sistema brasileiro de classificação de solos*. Brasília: Embrapa produção da Informação; Rio de Janeiro: Embrapa solos, 1999.

FERNANDES, F. Estabilização e higienização de bio sólidos. **In**: BETTIOL, W.;CAMARGO O. A.(Ed.) *Impacto Ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. EMBRAPA Meio Ambiente. Jaguariúna, SP, 2000. cap. 3.

FERNANDES, F (Coord.). *Manual Prático para a Compostagem de Bio sólidos*. ABES, Rio de Janeiro, 1999. p. 31. (PROSAB).

GOMES, P. C., FONTES, M. P. F., DA SILVA A. G., MENDONÇA, E de S., NETTO A.R. Selectivity sequence and competitive adsorption of heavy metals by brazilian soils. *Soil Science Society of American Journal*. v. 65, p. 1115-1121, 2001.

GONÇALVES, R. F., LUDUVICE, M. Alternativas de minimização da produção e desaguamento de lodo de esgoto. *In*: BETTIOL, W.;CAMARGO O. A.(Ed.) *Impacto Ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. EMBRAPA Meio Ambiente. Jaguariúna, SP, 2000. cap. 2.

IBGE, *Brasil em Síntese*. 2001. Disponível em: < <http://www.ibge.gov.br> (População/Indicadores Sociais) >. Acesso em 04 jan. 2005.

JORDÃO, E.P., PESSOA, C.A. *Tratamento de Esgotos Domésticos*. CETESB, São Paulo, 1995.

KIEKENS, L. Zinc. *In*: ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap. 13.

LAKE, D. L., KIRK, P. W. W., LESTER, J. N. Fractionation, characterization and speciation of Heavy Metals in Sewage Sludge and Sludge-Amended Soils: a review. *Jornal of Environmental Quality*. V. 13, n. 2, p. 175-183, 1984.

LINSAY, W. L., NORVELL, W. A. Development of a DTPA test for Zinc, Iron, Manganese and Copper. *Soil Science Society of America Journal*, v. 42, p. 421-428. 1978.

McBRIDE, M.B. *Environmental chemistry of soils*. Oxford University Press. New York, 1994. 406 p.

McGRATH, S. P. Chromium and nickel. *In*: ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap. 7.

McLAREN, R. *Assessment of heavy metal contamination of soils using sequential fractionations*. Presentation: oral. (Department of Soil Science, Canterbury, New Zealand). 1998.

MEDINA, M.P. Constituição física, classificação textural e água no solo. *IN*: MONIZ, A.C. (Ed.) *Elementos de Pedologia*. Rio de Janeiro: LITEC. 1975. cap. 1, 2 e 4, P. 11-28 e 45-57.

MELFI, A. J., MONTES, C. R. Impacto dos biossólidos sobre o solo. *In*: TSUTIYA, M. T. et al. (Ed.). *Biossólidos na agricultura*. 1ª ed. São Paulo: SABESP. 2001. cap. 9.

MELO, W. J., MARQUES, M. O. Potencial do lodo de esgoto como fonte de nutrientes para as plantas. *In*: BETTIOL, W.;CAMARGO O. A.(Ed.) *Impacto Ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. EMBRAPA Meio Ambiente. Jaguariúna, SP, 2000. cap. 5.

MILLER, J. C., MILLER, J. N. *Statistics for analytical chemistry*. 3ª ed. Ellis Horwood PRT Prentice Hall. 1993.

MIKI, M. K., ANDRIGUETI, E. J., SOBRINHO, P. A. Tratamento da fase sólida em estações de tratamento de esgotos. *In*: TSUTIYA, M. T. et al. (Ed.). *Biossólidos na agricultura*. 1ª ed. São Paulo: SABESP. 2001. cap. 3.

NASCIMENTO, P.M. *Avaliação da concentração de nitrogênio e fósforo no líquido infiltrado no solo, após aplicação de lodo líquido de esgoto doméstico*. Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2002.

PAES, J. E. S. *Distribuição horizontal e vertical de Fe, Mn, Zn, Pb e Ni no sistema Rio Alcântara – Rio Guaxindiba, Área de Proteção Ambiental de Guapi –Mirim, Baía de Guanabara (RJ)*. Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 1996.

PIGOZZO, A. T. J. *Disposição de lodo de esgoto: acúmulo de metais pesados no solo e em plantas de milho (Zea mays L.)*. Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Estadual Paulista “Júlio Mesquita Filho”. Botucatu, 2003.

PIRES, M. S. G. *Avaliação da presença de patógenos no lodo líquido estabilizado de ETE (processo aeróbio) quando aplicado ao solo arenoso-siltoso*. Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2003.

PREZOTTO, M. E. M., CRUZ, M.C.P. da, BERTON, R.S. Disponibilidade e avaliação de metais pesados potencialmente tóxicos. **In:** Ferreira, M.E.(ed). *Micronutrientes e elementos tóxicos na agricultura*. Jaboticabal, 2001. cap. 9.

SHUMAM, L.M. Chemical forms of micronutrients in soils. **In:** MORTVEDT, J.J. (Ed.) *Micronutrients in agriculture*, 2. ed. Madison: SSSA, 1991. p. 118-119.

SINGH, B. R. STEINNES, E. Soil and Water Contamination by Heavy Metals. In: LAL, R., STEWART, B.A (Ed.). *Soil Processes and Water Quality*. Lewis Publishers, Boca Raton. USA, 1994. p.233-271.

SOUZA, E.S. de. *Método de escoamento superficial no solo: remoção e biodisponibilidade de metais pesados do esgoto sanitário*. Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2003. (no prelo).

SPOSITO, G. LUND, L. J., CHANG, A. C. Trace metal chemistry in arid-zone field soils amended with sewage sludge: I. Fractionation of Ni, Cu, Zn, Cd and Pb in solid phases. *Soil Science Society of America Journal*, v. 46, p. 260-264. 1982.

TALBOT, V. Lead and Other Trace Metals in the Sediments and Selected Biota of Princess Royal Harbour, Albany, Western Australia. *Environmental Pollution (Series B)*. v. 5, p 35-39, 1983.

TSADILAS, C. D., MATSI, T., BARBAYANNIS, N., DIMOYANNIS, D. Influence of sewage sludge application on soil properties and on the distribution and availability of heavy metal fractions. *Commun. Soil. Sci. Anall.*, v. 26, n.15&16, p. 2603-2619, 1985.

TSUTIYA, M T. Alternativas de disposição final de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos. *In*: BETTIOL, W.;CAMARGO O. A.(Ed.) *Impacto Ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. EMBRAPA Meio Ambiente. Jaguariúna, SP, 2000. cap. 4.

TSUTIYA, M T. Características de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos. *In*: TSUTIYA, M. T. et al. (Ed.). *Biossólidos na agricultura*. 1ª ed. São Paulo: SABESP. 2001. cap.4.

TSUTIYA, M.T. Uso agrícola de biossólidos de estações de tratamento de esgotos sanitários do estado de São Paulo. *In*: *20º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental*. ABES. Rio de Janeiro, 1999. p. 744–752.

UNDP. *Human Development Report – 2004. Cultural liberty in today’s diverse world*. United Nations Development Programme, USA, 2004. Disponível em: < <http://hdr.undp.org/reports/global/2004/> (Human Development Indicators)>. Acesso em 04 jan. 2005.

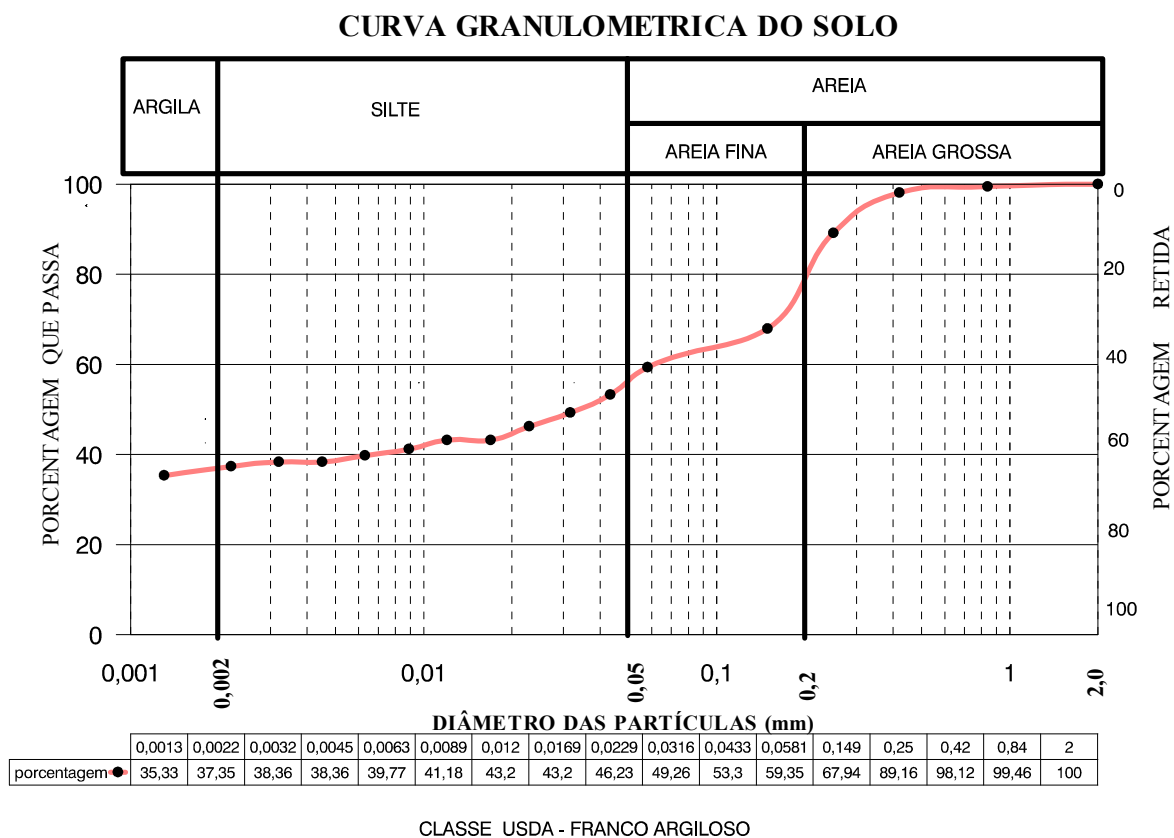
URE, A. M. Methods of analysis for heavy metals in soils. *In*: ALLOWAY, B.J. (Ed.) *Heavy metals in soils*. Chapman & Hall. 2ªed. Reading, UK, 1995. cap. 4.

VON SPERLING, M. *Princípios básicos do tratamento de esgotos*. Princípios do tratamento biológico de águas residuárias, Volume 2. Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – DESA, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Belo Horizonte, 1996.

WU, Q., HENDERSHOT, W. H., MARSHALL, W. D., GE Y. Speciation of Cadmium, Copper, Lead, and Zinc in Contaminated Soils. *Communication in soil science and plant analysis*.. v.31 (9 & 10), p. 1129-1144, 2000.

9 ANEXOS

I – CURVA GRANULOMÉTRICA DO SOLO UTILIZADO NO PREENCHIMENTO DOS PROTÓTIPOS E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO



Nos **anexos de II a X** são apresentados em tabelas os resultados das análises no solo e no percolado. Na primeira coluna das tabelas, observando-se apenas as **linhas cinzas**, são indicados por meio de **siglas** cada um dos protótipos e o perfil de profundidade analisado, sendo os dois primeiros números relacionados ao número do **protótipo**, estabelecido em campo, e a numeração seguinte ou a letra F indicando a **profundidade do solo**. A numeração dos protótipos e as respectivas taxas de aplicação de lodo são indicadas a seguir:

Protótipo	Taxa de aplicação de lodo
12	100 t.ha ⁻¹
13	Testemunha
14	Testemunha com cal
15	67 t.ha ⁻¹ com cal
16	67 t.ha ⁻¹
18	33 t.ha ⁻¹

As siglas complementares ao número dos protótipos e relacionadas aos perfis de profundidade de solo são as seguintes:

Sigla	Perfis de profundidade
5	0 - 5 cm
25	5 – 25 cm
50	25 – 50 cm
75	50 – 75 cm
F - Fundo	75 – 100 cm

Dessa maneira, a sigla **12 5** indica o protótipo 12 no perfil de profundidade de 0 a 5 cm e a sigla **18 F** indica o protótipo 18 no perfil de 75 a 100 cm. A sigla **SD**, nas linhas brancas das tabelas, indica o **desvio padrão** da média de duas repetições das análises de laboratório.

A sigla **ND** significa elemento não detectado pelo FAAS, sendo o limite de detecção do aparelho para os metais analisados os seguintes:

Metais	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
Limite de detecção no FAAS (mg L ⁻¹)	0,005	0,01	0,02	0,05	0,02	0,002

II – TEOR DE METAIS PSEUDO-TOTAIS (HNO₃ - 6 Mol.L⁻¹)

96

Amostra 0 -HNO ₃ - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	72	39	5	24	18	ND
SD	10	1	0	3	1	0
12 25	21	15	ND	6	25	ND
SD	3	0	0	0	10	0
12 50	19	11	1	7	16	ND
SD	2	1	1	0	0	0
12 75	19	11	ND	6	17	ND
SD	1	0	0	1	0	0
12 F	14	10	ND	6	17	ND
SD	1	1	0	1	0	0
13 5	14	9	ND	5	13	ND
SD	1	1	0	1	0	0
13 25	7	10	ND	8	16	ND
SD	2	0	0	4	3	0
13 50	4	8	ND	8	16	ND
SD	1	2	0	2	1	0
13 75	6	8	ND	7	19	ND
SD	0	2	0	2	0	0
13 F	3	7	ND	8	18	ND
SD	0	0	0	2	3	0
14 5	13	9	ND	7	15	ND
SD	2	1	0	1	2	0
14 25	5	5	ND	6	16	ND
SD	1	1	0	1	2	0
14 50	3	5	ND	6	13	ND
SD	0	0	0	1	3	0
14 75	1	3	ND	4	10	ND
SD	0	0	0	0	1	0
14 F	ND	3	ND	4	8	ND
SD	0	0	0	2	1	0
15 5	71	31	ND	22	17	ND
SD	1	3	0	1	3	0
15 25	11	8	ND	7	10	ND
SD	0	0	0	1	1	0
15 50	4	4	ND	4	6	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 75	7	5	ND	4	7	ND
SD	1	1	0	0	0	0
15 F	9	5	ND	5	7	ND
SD	0	0	0	0	1	0
16 5	79	34	ND	24	15	ND
SD	1	1	0	2	1	0
16 25	17	9	ND	10	11	ND
SD	4	1	0	2	0	0
16 50	5	6	ND	4	6	ND
SD	1	0	0	1	2	0
16 75	9	6	ND	6	6	ND
SD	0	0	0	3	1	0
16 F	7	6	ND	10	8	ND
SD	6	0	0	3	3	0
18 5	28	19	ND	16	13	ND
SD	1	1	0	2	1	0
18 25	13	10	ND	26	9	ND
SD	1	0	0	20	1	0
18 50	6	6	ND	7	8	ND
SD	1	0	0	0	1	0
18 75	10	7	ND	10	6	ND
SD	6	0	0	0	0	0
18 F	10	5	ND	11	5	ND
SD	1	0	0	0	1	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 1 -HNO ₃ - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	115	88	12	37	23	ND
SD	0	1	6	1	0	0
12 25	65	36	8	13	24	ND
SD	2	2	1	5	3	0
12 50	56	25	7	11	23	ND
SD	1	2	1	2	3	0
12 75	42	20	8	8	22	ND
SD	0	1	4	5	3	0
12 F	37	19	10	8	22	ND
SD	2	0	2	2	3	0
13 5	22	13	6	4	22	ND
SD	1	0	0	2	2	0
13 25	18	11	7	7	19	ND
SD	1	0	0	1	1	0
13 50	19	10	4	3	39	ND
SD	1	0	2	3	26	0
13 75	24	11	6	3	26	ND
SD	1	0	1	2	8	0
13 F	19	10	5	5	21	1
SD	2	1	1	8	2	0
14 5	23	14	5	5	24	ND
SD	1	1	2	3	8	0
14 25	18	13	6	7	19	ND
SD	0	0	2	0	7	0
14 50	14	10	4	3	16	ND
SD	4	3	1	2	4	0
14 75	22	10	3	4	15	ND
SD	0	1	0	3	1	0
14 F	13	7	2	3	14	ND
SD	2	1	1	2	1	0
15 5	178	79	10	31	23	ND
SD	14	11	3	1	2	0
15 25	57	26	3	12	16	ND
SD	1	1	2	12	0	0
15 50	38	16	1	5	13	ND
SD	2	2	3	2	2	0
15 75	36	14	ND	4	15	ND
SD	2	0	1	2	6	0
15 F	35	14	ND	6	10	ND
SD	2	1	2	1	1	0
16 5	139	99	12	44	26	ND
SD	23	17	1	2	2	1
16 25	52	22	6	7	17	ND
SD	1	2	1	1	1	0
16 50	34	17	3	5	15	ND
SD	0	1	1	3	1	0
16 75	37	18	3	8	14	ND
SD	0	0	1	2	2	0
16 F	32	15	1	2	10	ND
SD	0	1	2	1	2	0
18 5	86	45	8	20	24	ND
SD	1	0	1	8	2	0
18 25	41	20	3	4	24	ND
SD	0	1	1	2	12	0
18 50	22	12	3	2	11	ND
SD	0	0	1	2	0	0
18 75	22	10	3	2	10	ND
SD	1	0	0	2	1	0
18 F	14	7	3	1	8	ND
SD	7	4	2	0	3	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 2 -HNO ₃ - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	341	286	13	112	62	3
SD	6	14	0	6	1	0
12 25	70	22	4	17	24	ND
SD	1	1	1	3	1	1
12 50	58	25	3	17	24	ND
SD	1	5	0	3	1	1
12 75	44	20	3	17	22	ND
SD	3	4	1	1	0	0
12 F	36	17	3	16	22	1
SD	0	4	0	2	1	0
13 5	28	12	2	15	22	ND
SD	0	1	0	0	1	0
13 25	15	10	3	15	21	ND
SD	8	1	0	0	0	0
13 50	15	10	4	19	23	ND
SD	2	1	0	1	1	0
13 75	14	10	3	15	23	ND
SD	16	1	0	1	2	0
13 F	11	9	3	18	20	ND
SD	8	0	0	0	2	0
14 5	21	13	3	19	26	ND
SD	2	0	1	3	0	0
14 25	11	10	4	23	20	ND
SD	5	0	1	6	2	0
14 50	6	9	4	22	18	ND
SD	3	0	1	3	2	0
14 75	8	10	2	19	15	ND
SD	5	2	1	4	0	0
14 F	4	7	1	18	15	ND
SD	0	0	0	1	1	0
15 5	336	203	14	83	47	ND
SD	17	7	0	4	1	0
15 25	33	13	1	6	11	ND
SD	4	1	0	0	0	0
15 50	24	8	ND	4	9	ND
SD	4	2	0	3	3	0
15 75	27	10	1	3	9	ND
SD	7	0	1	2	1	0
15 F	36	20	1	8	16	ND
SD	6	1	0	0	2	0
16 5	238	229	13	89	53	ND
SD	4	8	1	1	4	0
16 25	48	17	4	6	19	ND
SD	4	0	0	0	2	0
16 50	14	9	1	6	10	ND
SD	0	1	0	0	2	0
16 75	30	21	2	11	15	ND
SD	2	2	0	1	1	0
16 F	14	9	2	4	9	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 5	113	127	9	53	36	ND
SD	7	0	1	1	1	1
18 25	29	17	2	8	16	ND
SD	5	1	1	2	1	0
18 50	17	6	ND	5	15	ND
SD	3	0	0	2	4	0
18 75	9	6	1	4	9	ND
SD	5	0	1	2	1	0
18 F	13	6	ND	2	9	ND
SD	5	0	0	2	1	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 3 -HNO ₃ - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	105	184	11	61	43	ND
SD	1	45	1	20	19	0
12 25	66	77	7	28	28	ND
SD	8	9	0	5	3	0
12 50	42	19	6	6	22	ND
SD	1	2	0	2	1	0
12 75	35	18	5	6	22	ND
SD	0	4	0	0	1	0
12 F	28	13	5	8	23	ND
SD	1	0	1	3	0	0
13 5	29	14	6	6	20	ND
SD	1	1	1	1	1	0
13 25	20	12	5	7	24	ND
SD	4	0	0	2	6	0
13 50	14	10	5	3	20	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 75	17	11	4	7	21	ND
SD	0	0	1	1	1	0
13 F	17	10	3	4	22	ND
SD	3	1	0	1	3	0
14 5	29	13	5	5	24	ND
SD	1	2	1	4	1	0
14 25	20	12	6	5	21	ND
SD	0	0	0	6	1	0
14 50	16	10	3	6	25	ND
SD	1	0	1	0	7	0
14 75	13	9	3	7	21	ND
SD	1	1	1	4	1	0
14 F	14	8	3	5	16	ND
SD	0	0	0	3	1	0
15 5	317	227	15	79	47	ND
SD	18	12	0	5	4	0
15 25	62	33	3	13	22	ND
SD	2	3	1	1	4	0
15 50	30	11	2	5	14	ND
SD	8	0	0	3	1	0
15 75	17	7	1	2	11	ND
SD	0	0	1	1	1	0
15 F	26	10	1	3	19	ND
SD	3	1	1	1	7	0
16 5	68	137	9	49	35	ND
SD	4	0	0	1	3	0
16 25	37	22	4	10	15	ND
SD	1	3	0	4	0	0
16 50	27	9	2	4	17	ND
SD	0	0	1	1	1	0
16 75	19	7	2	3	11	ND
SD	0	0	1	3	2	0
16 F	24	7	ND	3	13	ND
SD	5	0	0	2	2	0
18 5	91	107	11	39	28	ND
SD	16	2	1	3	2	0
18 25	32	14	4	4	15	ND
SD	1	1	0	3	1	0
18 50	24	11	2	7	12	ND
SD	1	1	1	0	0	0
18 75	19	8	3	4	13	ND
SD	0	0	1	2	0	0
18 F	19	8	3	5	11	ND
SD	1	0	2	1	1	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 4 -HNO ₃ - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	119	226	9	80	44	ND
SD	6	7	1	0	2	0
12 25	33	16	6	6	22	ND
SD	6	1	0	0	0	0
12 50	50	19	7	9	22	ND
SD	0	1	2	3	0	0
12 75	30	18	6	9	25	ND
SD	0	0	1	1	3	0
12 F	22	12	6	6	23	ND
SD	7	2	1	5	1	0
13 5	16	13	2	4	20	ND
SD	0	2	1	2	1	0
13 25	14	9	4	4	20	ND
SD	1	2	1	1	1	0
13 50	10	8	5	8	20	ND
SD	0	0	2	3	1	0
13 75	15	8	4	5	21	ND
SD	0	0	1	1	2	0
13 F	13	7	3	6	19	ND
SD	1	0	1	2	1	0
14 5	26	12	6	6	24	ND
SD	5	1	2	1	1	0
14 25	15	10	6	3	22	ND
SD	4	1	0	1	2	0
14 50	8	6	3	4	15	ND
SD	6	3	1	1	7	0
14 75	7	8	4	3	20	ND
SD	0	1	1	1	2	0
14 F	6	6	2	4	17	ND
SD	0	1	1	2	1	0
15 5	260	169	12	60	36	ND
SD	2	15	2	1	1	0
15 25	64	18	4	9	17	ND
SD	4	0	2	0	0	0
15 50	37	23	3	7	17	ND
SD	1	0	0	2	0	0
15 75	43	29	4	8	17	ND
SD	4	2	0	0	1	0
15 F	58	40	3	14	20	ND
SD	9	1	0	2	2	0
16 5	56	134	10	53	31	ND
SD	2	11	0	4	2	0
16 25	19	19	3	6	16	ND
SD	0	3	0	1	1	0
16 50	28	16	3	7	14	ND
SD	2	0	1	4	1	0
16 75	20	20	4	8	15	ND
SD	3	3	1	1	1	0
16 F	10	14	2	7	18	ND
SD	1	2	0	2	1	0
18 5	154	130	12	50	32	ND
SD	3	16	0	9	3	0
18 25	28	12	3	6	16	ND
SD	1	1	0	1	1	0
18 50	19	10	3	4	15	ND
SD	1	0	1	0	4	0
18 75	11	4	2	4	11	ND
SD	4	0	1	3	1	0
18 F	14	6	3	5	13	ND
SD	5	1	0	2	2	0

SD – Desvio Padrão

III – TEOR DE METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS (HCL – 0,5 Mol.L⁻¹) 101

Amostra 0 -HCl - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	31	30	ND	21	3	ND
SD	3	1	0	0	0	0
12 25	13	5	ND	3	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 50	12	3	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 75	12	2	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 F	12	3	ND	1	1	ND
SD	1	0	0	1	0	0
13 5	14	5	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	1	0	0
13 25	6	1	ND	ND	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 50	7	1	ND	ND	2	ND
SD	1	0	0	0	1	0
13 75	4	1	ND	ND	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 F	5	1	1	ND	2	ND
SD	2	0	0	1	0	0
14 5	8	4	ND	1	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 25	4	1	ND	ND	1	ND
SD	1	0	0	1	0	0
14 50	6	1	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	7	1	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	5	1	ND	ND	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	28	22	1	15	4	ND
SD	5	7	0	5	1	0
15 25	9	4	ND	1	1	ND
SD	0	0	0	1	0	0
15 50	5	1	ND	ND	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 75	6	2	ND	ND	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 F	7	2	ND	ND	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 5	30	18	1	14	3	ND
SD	1	0	0	1	0	0
16 25	12	3	1	1	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 50	5	1	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 75	8	2	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 F	8	2	ND	ND	2	ND
SD	4	1	0	1	0	0
18 5	21	11	ND	6	3	ND
SD	0	0	0	1	0	0
18 25	10	3	ND	1	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 50	6	2	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	8	2	ND	1	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 F	4	1	ND	ND	2	ND
SD	0	0	0	0	0	0

SD –Desvio Padrão

Amostra 1 -HCl - Concentração (mg.kg-1)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	114	58	4	25	5	ND
SD	0	4	0	0	0	0
12 25	28	19	1	8	3	ND
SD	3	1	0	0	0	0
12 50	30	12	1	6	1	ND
SD	3	2	0	0	0	0
12 75	22	7	1	4	1	ND
SD	2	0	0	0	0	0
12 F	19	8	0	4	1	ND
SD	1	1	0	1	0	0
13 5	1	1	ND	3	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	1	1	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	3	1	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	5	ND	ND	ND	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 F	4	ND	ND	1	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	7	3	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 25	2	2	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	6	1	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	2	0	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	197	64	4	23	7	ND
SD	36	25	1	7	2	0
15 25	27	16	1	8	2	ND
SD	4	0	0	0	0	0
15 50	22	8	ND	4	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 75	23	8	ND	3	1	ND
SD	1	1	0	0	0	0
15 F	19	6	ND	2	1	ND
SD	1	1	0	0	0	0
16 5	170	81	3	26	7	ND
SD	53	24	1	6	2	0
16 25	28	11	ND	5	1	ND
SD	5	1	0	1	0	0
16 50	21	9	ND	3	1	ND
SD	5	0	0	1	0	0
16 75	20	10	ND	4	1	ND
SD	0	1	0	1	0	0
16 F	17	8	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 5	51	27	1	10	3	ND
SD	7	1	0	0	0	0
18 25	14	9	ND	3	1	ND
SD	12	2	0	0	0	0
18 50	7	3	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	6	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 F	6	2	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0

SD –Desvio Padrão

Amostra 2 -HCl - Concentração (mg.kg-1)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	322	204	5	42	11	ND
SD	25	16	1	8	3	0
12 25	45	11	ND	7	1	ND
SD	14	1	0	0	0	0
12 50	36	13	ND	7	1	ND
SD	2	5	0	1	0	0
12 75	25	9	ND	5	1	ND
SD	6	1	0	0	0	0
12 F	18	6	ND	4	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
13 5	11	4	ND	4	1	ND
SD	0	0	0	1	0	0
13 25	4	1	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	2	1	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	2	1	ND	2	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
13 F	2	1	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	10	4	ND	3	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 25	2	1	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 50	2	1	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	1	0	0
14 75	3	0	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 F	2	0	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	254	144	5	43	12	ND
SD	29	17	0	2	1	0
15 25	27	7	ND	3	1	ND
SD	0	0	0	1	0	0
15 50	14	3	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 75	15	5	ND	3	1	ND
SD	9	0	0	0	0	0
15 F	28	13	1	5	1	ND
SD	0	2	0	0	0	0
16 5	245	219	5	52	14	ND
SD	76	68	1	8	3	0
16 25	24	9	1	4	1	ND
SD	5	0	0	0	0	0
16 50	11	4	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 75	16	12	ND	5	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 F	13	4	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 5	94	59	2	22	5	ND
SD	16	11	0	4	1	0
18 25	18	6	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 50	8	1	ND	0	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	7	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 F	9	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 3 -HCl - Concentração (mg.kg-1)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	88	125	3	47	10	ND
SD	1	1	0	1	0	0
12 25	30	47	1	15	4	ND
SD	2	9	0	1	1	0
12 50	20	6	ND	4	1	ND
SD	2	1	0	0	0	0
12 75	16	5	ND	3	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 F	13	2	ND	3	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 5	10	4	ND	3	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	4	2	ND	2	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 50	1	1	ND	1	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	3	1	ND	1	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 F	4	1	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	7	3	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 25	1	1	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	1	1	ND	1	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	2	1	ND	1	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 F	3	1	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 5	207	138	4	47	12	ND
SD	19	11	1	4	2	0
15 25	34	17	ND	7	1	ND
SD	4	2	0	2	0	0
15 50	13	5	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 75	7	1	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	1	0	0
15 F	12	2	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 5	28	66	1	22	4	ND
SD	13	31	1	10	2	0
16 25	19	16	ND	7	1	ND
SD	3	4	0	2	0	0
16 50	15	4	ND	2	ND	ND
SD	2	1	0	0	0	0
16 75	10	1	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 F	10	1	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 5	89	64	2	22	5	ND
SD	6	4	0	2	0	0
18 25	16	7	ND	3	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 50	11	4	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	8	2	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	1	0	0
18 F	10	2	ND	1	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD –Desvio Padrão

Amostra 4 -HCl - Concentração (mg.kg-1)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	72	180	3	55	9	ND
SD	12	27	0	7	1	0
12 25	7	6	ND	4	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
12 50	25	10	1	5	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 75	10	8	ND	5	ND	ND
SD	3	0	0	0	0	0
12 F	2	3	ND	3	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 5	ND	3	ND	3	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	ND	1	ND	2	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	ND	ND	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 75	ND	ND	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 F	ND	ND	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 5	2	4	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 25	ND	1	ND	2	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 50	ND	ND	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	ND	ND	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	1	0	0
14 F	4	ND	ND	1	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
15 5	186	116	4	42	9	ND
SD	18	11	0	5	1	0
15 25	55	13	1	5	1	ND
SD	2	0	0	0	0	0
15 50	29	15	ND	6	1	ND
SD	7	0	0	0	0	0
15 75	29	22	1	7	1	ND
SD	3	0	0	0	0	0
15 F	39	27	1	10	1	ND
SD	3	2	0	0	0	0
16 5	33	121	1	41	7	ND
SD	8	3	0	3	0	0
16 25	15	11	ND	5	1	ND
SD	0	1	0	0	0	0
16 50	16	13	ND	6	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 75	9	16	ND	6	1	ND
SD	1	2	0	0	0	0
16 F	4	9	ND	4	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 5	92	122	2	39	8	ND
SD	0	3	0	2	1	0
18 25	18	5	ND	2	1	ND
SD	2	1	0	0	0	0
18 50	11	3	ND	2	1	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	2	1	ND	1	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 F	5	2	ND	1	1	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD –Desvio Padrão

IV – TEOR DE METAIS POTENCIALMENTE BIODISPONÍVEIS (DTPA – 0,005 Mol.L⁻¹) 106

Amostra 0 -DTPA - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	29	11	1	1	ND	ND
SD	7	3	0	0	0	0
12 25	3	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 50	4	1	ND	ND	ND	ND
SD	2	1	0	0	0	0
12 75	4	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 F	4	1	ND	ND	ND	ND
SD	3	1	0	0	0	0
13 5	4	2	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
13 25	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	11	ND	1	ND	ND	ND
SD	10	0	1	0	0	0
13 75	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
13 F	ND	ND	1	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 5	24	10	ND	0	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
15 25	3	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 50	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 75	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 F	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 5	30	10	ND	2	ND	ND
SD	36	12	0	3	0	0
16 25	7	3	ND	ND	ND	ND
SD	4	2	0	0	0	0
16 50	3	ND	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
16 75	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 F	1	1	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
18 5	9	6	ND	2	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
18 25	3	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 50	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 F	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 1 -DTPA - Concentração (mg.kg⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	16	6	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 25	20	6	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 50	19	4	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 75	12	3	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 F	10	2	ND	ND	ND	ND
SD	2	1	0	0	0	0
13 5	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 F	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	3	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	5	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	2	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	116	17	1	2	ND	ND
SD	5	2	0	0	0	0
15 25	19	4	ND	ND	ND	ND
SD	10	2	0	0	0	0
15 50	11	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 75	13	3	ND	ND	ND	ND
SD	3	1	0	0	0	0
15 F	13	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 5	29	7	ND	ND	ND	ND
SD	2	1	0	0	0	0
16 25	26	6	ND	ND	ND	ND
SD	3	0	0	0	0	0
16 50	10	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 75	14	4	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 F	13	3	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 5	33	10	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
18 25	17	4	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
18 50	5	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	4	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 F	4	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 2 -DTPA - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	41	9	1	ND	ND	ND
SD	3	1	0	0	0	0
12 25	21	3	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 50	16	2	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
12 75	7	1	ND	ND	ND	ND
SD	2	1	0	0	0	0
12 F	9	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 5	4	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 F	4	ND	ND	ND	ND	ND
SD	3	0	0	0	0	0
14 5	4	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 25	1	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	1	0	0	0	0
14 50	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	57	16	1	ND	ND	ND
SD	10	3	0	0	0	0
15 25	19	6	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 50	9	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 75	15	5	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 F	19	10	ND	ND	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
16 5	58	7	1	ND	ND	ND
SD	3	1	0	0	0	0
16 25	20	4	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 50	8	3	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 75	9	3	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 F	9	3	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 5	39	16	1	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 25	11	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 50	5	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 75	4	0	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 F	6	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 3 -DTPA - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	3	5	ND	ND	ND	ND
SD	0	1	0	0	0	0
12 25	5	6	ND	ND	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
12 50	9	1	ND	ND	ND	ND
SD	2	0	0	0	0	0
12 75	7	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 F	5	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 5	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
13 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 F	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	4	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	0	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 F	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	10	6	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 25	18	6	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 50	9	3	ND	ND	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
15 75	5	1	ND	ND	ND	ND
SD	3	0	0	0	0	0
15 F	7	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	1	0	0	0	0
16 5	2	6	ND	ND	ND	ND
SD	0	1	0	0	0	0
16 25	13	5	ND	1	ND	ND
SD	1	1	0	0	0	0
16 50	8	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 75	6	0	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 F	7	1	0	ND	ND	ND
SD	0	0	1	0	0	0
18 5	23	12	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 25	12	3	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 50	7	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 75	3	0	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
18 F	4	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

Amostra 4 -DTPA - Concentração (mg.kg ⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 5	6	9	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 25	7	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
12 50	18	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 75	9	2	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
12 F	4	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 5	2	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 25	0	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
13 F	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 5	5	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 25	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
14 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
14 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 5	1	6	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 25	30	6	ND	ND	ND	ND
SD	6	1	0	0	0	0
15 50	18	9	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
15 75	20	14	0	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
15 F	26	16	0	ND	ND	ND
SD	0	2	0	0	0	0
16 5	16	8	1	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 25	7	6	ND	0	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0
16 50	14	7	ND	1	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
16 75	7	9	ND	2	ND	ND
SD	1	1	0	1	0	0
16 F	5	5	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 5	12	12	0	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 25	13	2	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 50	7	1	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 75	1	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0	0	0	0	0	0
18 F	3	1	ND	ND	ND	ND
SD	1	0	0	0	0	0

SD – Desvio Padrão

V – FRACIONAMENTO SEQUENCIAL

111

Amostra 0 (mg.kg⁻¹)

	Zn sol	Zn mo	Znox	Zn res	TOTAL
12 5	28	15	7	17	67
SD	1	5	5	8	11
12 25	14	6	1	12	33
SD	0	1	1	0	1
13 5	2	5	3	8	17
SD	0	4	3	0	5
13 25	1	1	1	5	8
SD	1	0	1	1	1
14 5	0	0	6	10	17
SD	1	0	1	2	2
14 25	0	0	1	8	10
SD	0	0	1	0	1
15 5	3	15	16	32	65
SD	1	2	11	8	13
15 25	3	4	4	4	15
SD	0	1	1	1	2
16 5	32	17	9	17	75
SD	1	4	7	3	9
16 25	11	4	1	8	24
SD	0	2	0	0	2
18 5	13	9	2	14	38
SD	1	3	0	1	4
18 25	5	2	3	4	13
SD	1	0	0	1	2

Amostra 4 (mg.kg⁻¹)

	Zn sol	Zn mo	Znox	Zn res	TOTAL
12 5	55	31	1	29	116
SD	6	8	0	7	12
12 25	16	4	3	5	29
SD	0	2	0	1	2
13 5	1	2	4	6	13
SD	0	2	1	2	3
13 25	12	3	3	3	20
SD	6	2	1	3	7
14 5	1	1	6	8	15
SD	0	0	1	0	1
14 25	1	1	6	7	15
SD	1	1	0	6	6
15 5	105	48	26	49	228
SD	6	18	1	0	19
15 25	18	4	4	6	32
SD	0	2	2	1	3
16 5	61	13	3	18	95
SD	1	6	3	5	9
16 25	7	3	2	8	20
SD	0	0	0	4	4
18 5	50	19	5	22	96
SD	2	6	2	4	8
18 25	19	4	2	3	29
SD	3	0	0	1	3

Amostra 0 (mg.kg⁻¹)

	Cu sol	Cu mo	Cu nox	Cu res	TOTAL
12 5	0	5	7	23	36
SD	0	0	4	3	5
12 25	0	2	4	12	19
SD	0	0	1	1	1
13 5	ND	1	2	6	8
SD	0	0	1	0	1
13 25	ND	0	1	5	6
SD	0	0	0	0	0
14 5	ND	1	2	6	8
SD	0	0	0	1	1
14 25	ND	0	1	5	6
SD	0	0	0	0	0
15 5	ND	6	2	20	28
SD	0	1	1	0	1
15 25	ND	1	3	3	7
SD	0	0	0	0	0
16 5	0	5	6	16	27
SD	0	0	2	1	2
16 25	ND	2	2	6	10
SD	0	1	0	1	1
18 5	0	3	4	10	17
SD	0	1	0	1	1
18 25	0	1	3	3	7
SD	0	0	0	1	1

Amostra 4 (mg.kg⁻¹)

	Cu sol	Cu mo	Cu nox	Cu res	TOTAL
12 5	7	61	18	133	220
SD	0	26	2	50	56
12 25	0	0	5	4	10
SD	0	0	1	2	2
13 5	ND	0	1	4	5
SD	0	0	0	2	2
13 25	ND	ND	1	3	4
SD	0	0	0	3	3
14 5	ND	ND	3	3	6
SD	0	0	1	1	2
14 25	ND	ND	2	3	6
SD	0	0	0	3	3
15 5	3	12	59	78	153
SD	0	3	10	4	11
15 25	ND	0	5	5	11
SD	0	0	1	1	1
16 5	8	34	27	46	114
SD	1	17	13	16	27
16 25	1	1	8	6	16
SD	0	0	0	0	0
18 5	4	26	21	64	114
SD	0	10	2	9	14
18 25	1	1	5	3	9
SD	0	0	1	0	1

sol – Fração solúvel e trocável
mo – Fração ligada à matéria orgânica
nox – Fração redutível
res – Fração residual
SD – Desvio Padrão

Amostra 0 (mg.kg⁻¹)

	Cr sol	Cr mo	Cr nox	Cr res	TOTAL
12 5	0	0	12	14	27
SD	0	0	1	5	5
12 25	ND	0	8	6	14
SD	0	0	1	0	1
13 5	ND	0	7	5	12
SD	0	0	0	0	0
13 25	ND	0	7	9	16
SD	0	0	1	0	1
14 5	ND	0	7	10	17
SD	0	0	1	1	2
14 25	ND	1	7	8	16
SD	0	0	1	0	1
15 5	ND	0	8	8	16
SD	0	0	2	0	2
15 25	ND	ND	6	5	11
SD	0	0	1	0	1
16 5	ND	0	8	8	16
SD	0	0	0	1	1
16 25	ND	ND	6	6	13
SD	0	0	0	0	0
18 5	ND	0	8	9	17
SD	0	0	0	1	1
18 25	ND	ND	6	5	11
SD	0	0	1	0	1

Amostra 4 (mg.kg⁻¹)

	Cr sol	Cr mo	Cr nox	Cr res	TOTAL
12 5	ND	8	38	15	62
SD	0	4	9	4	11
12 25	ND	0	7	8	16
SD	0	0	0	4	4
13 5	0	0	2	8	11
SD	0	0	0	5	5
13 25	ND	0	6	7	13
SD	0	0	0	4	4
14 5	ND	0	6	8	14
SD	0	0	0	4	4
14 25	ND	1	6	8	15
SD	0	0	0	5	5
15 5	0	2	33	17	52
SD	0	0	0	1	1
15 25	ND	1	6	6	13
SD	0	0	0	1	1
16 5	0	6	27	12	45
SD	0	2	9	3	10
16 25	ND	1	6	10	17
SD	0	0	0	3	3
18 5	0	5	21	14	40
SD	0	2	2	7	7
18 25	0	1	9	7	16
SD	0	0	0	3	3

Amostra 0 (mg.kg⁻¹)

	Pb sol	Pb mo	Pb nox	Pb res	TOTAL
12 5	ND	5	ND	16	21
SD	0	3	0	1	3
12 25	ND	2	ND	10	12
SD	0	0	0	1	1
13 5	ND	1	ND	3	4
SD	0	0	0	0	0
13 25	ND	1	ND	5	6
SD	0	0	0	1	1
14 5	ND	ND	ND	5	5
SD	0	0	0	0	0
14 25	ND	1	ND	4	5
SD	0	0	0	0	0
15 5	ND	3	ND	15	18
SD	0	0	0	0	1
15 25	ND	ND	ND	6	6
SD	0	0	0	0	0
16 5	ND	4	ND	11	15
SD	1	2	0	1	2
16 25	ND	1	ND	4	5
SD	1	1	0	0	1
18 5	ND	1	ND	8	9
SD	0	2	0	0	2
18 25	ND	ND	ND	4	4
SD	0	1	0	0	1

Amostra 4 (mg.kg⁻¹)

	Pb sol	Pb mo	Pb nox	Pb res	TOTAL
12 5	ND	16	7	42	65
SD	0	2	7	9	12
12 25	ND	2	ND	4	6
SD	0	1	0	1	1
13 5	ND	1	ND	4	5
SD	0	0	0	0	1
13 25	ND	1	ND	4	5
SD	0	1	0	1	2
14 5	ND	1	ND	5	6
SD	0	0	0	2	2
14 25	ND	0	ND	5	5
SD	0	0	0	2	2
15 5	0	22	4	33	60
SD	1	0	0	2	3
15 25	ND	1	1	5	7
SD	0	1	1	0	2
16 5	ND	20	4	20	44
SD	0	12	1	4	13
16 25	ND	3	0	5	8
SD	0	0	0	2	2
18 5	ND	15	1	23	39
SD	0	4	1	5	6
18 25	ND	3	ND	2	5
SD	0	1	0	1	1

sol – Fração solúvel e trocável
mo – Fração ligada à matéria orgânica
nox – Fração redutível
res – Fração residual
SD – Desvio Padrão

Amostra 0 (mg.kg⁻¹)

	Ni sol	Ni mo	Ni nox	Ni res	TOTAL
12 5	1	ND	3	3	7
SD	1	1	0	1	2
12 25	1	ND	ND	2	3
SD	0	0	0	1	1
13 5	2	ND	1	2	4
SD	1	0	0	0	1
13 25	3	ND	1	2	6
SD	2	0	0	0	2
14 5	2	ND	ND	2	4
SD	1	0	0	0	1
14 25	2	ND	ND	2	4
SD	1	0	0	0	1
15 5	2	ND	1	2	5
SD	2	0	1	0	3
15 25	ND	ND	ND	1	1
SD	0	0	0	0	0
16 5	1	ND	1	3	5
SD	1	0	0	0	1
16 25	1	ND	ND	2	4
SD	0	0	0	0	1
18 5	0	ND	ND	4	4
SD	0	0	0	0	0
18 25	1	ND	ND	1	2
SD	0	0	0	0	1

Amostra 4 (mg.kg⁻¹)

	Ni sol	Ni mo	Ni nox	Ni res	TOTAL
12 5	2	ND	15	4	22
SD	2	0	5	0	5
12 25	1	ND	ND	1	3
SD	1	0	0	1	2
13 5	ND	ND	ND	1	1
SD	1	0	0	1	1
13 25	ND	ND	ND	2	2
SD	0	0	0	2	2
14 5	1	ND	1	1	4
SD	0	0	1	0	2
14 25	1	ND	ND	2	2
SD	0	0	1	1	1
15 5	1	2	3	3	8
SD	0	1	1	0	2
15 25	ND	1	ND	1	2
SD	0	0	1	0	1
16 5	ND	1	ND	3	4
SD	0	0	0	1	1
16 25	1	1	1	2	5
SD	1	0	0	1	1
18 5	1	1	1	3	7
SD	0	0	1	1	2
18 25	1	1	1	ND	2
SD	0	0	1	0	1

sol – Fração solúvel e trocável

mo – Fração ligada à matéria orgânica

nox – Fração redutível

res – Fração residual

SD – Desvio Padrão

Amostra 0 - CTC (mmol.kg ⁻¹)						
	Na	K	Ca+Mg	SB	Acidez	CTC
12 5	8,1	2,2	14,0	24,3	41,9	66,2
SD	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1
12 25	3,5	0,6	19,0	23,1	9,1	32,2
SD	0,2	0,1	7,1	7,1	4,2	8,2
12 50	0,4	0,3	13,0	13,7	21,0	34,8
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	4,0	4,3
12 75	2,1	0,4	10,0	12,4	36,0	48,5
SD	0,1	0,1	1,4	1,4	0,1	1,4
12 F	0,7	0,9	6,5	8,2	8,9	17,1
SD	0,1	0,1	3,5	3,5	4,3	5,6
13 5	0,4	0,7	14,0	15,1	18,0	33,1
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
13 25	0,5	0,5	15,5	16,5	15,1	31,6
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	4,3	4,4
13 50	0,5	0,4	31,0	31,8	11,9	43,8
SD	0,2	0,1	5,7	5,7	0,0	5,7
13 75	0,3	0,2	12,0	12,5	11,9	24,4
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
13 F	0,6	0,3	8,0	8,8	15,0	23,9
SD	0,2	0,1	2,8	2,8	4,1	5,0
14 5	0,3	1,1	87,5	88,9	11,8	100,7
SD	0,0	0,0	6,4	6,4	0,0	6,4
14 25	0,6	0,7	46,5	47,8	12,0	59,8
SD	0,0	0,0	9,2	9,2	0,1	9,2
14 50	0,7	0,4	6,5	7,7	26,8	34,5
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	4,1	4,2
14 75	0,3	0,3	9,0	9,6	38,9	48,5
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	4,1	4,3
14 F	1,5	0,4	15,0	16,8	12,1	28,9
SD	0,2	0,1	4,2	4,2	0,1	4,3
15 5	0,7	1,2	126,0	127,8	18,1	146,0
SD	0,2	0,1	0,0	0,3	0,0	0,3
15 25	0,5	0,4	9,0	9,9	27,2	37,1
SD	0,2	0,1	0,0	0,2	3,9	3,9
15 50	0,3	0,3	10,0	10,6	14,8	25,4
SD	0,3	0,2	1,4	1,4	4,0	4,3
15 75	0,5	0,4	7,0	7,9	27,2	35,2
SD	0,4	0,2	0,0	0,4	4,7	4,7
15 F	0,5	0,4	14,0	14,9	17,9	32,8
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
16 5	0,5	1,1	13,0	14,6	41,9	56,5
SD	0,2	0,1	0,0	0,2	0,0	0,2
16 25	0,3	0,4	12,0	12,7	12,0	24,7
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
16 50	0,4	0,3	14,0	14,7	18,1	32,8
SD	0,3	0,2	1,4	1,4	0,0	1,4
16 75	0,5	0,4	8,5	9,4	17,8	27,2
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,1	0,7
16 F	0,4	0,3	21,0	21,7	9,0	30,7
SD	0,0	0,0	5,7	5,7	4,2	7,0
18 5	0,6	0,6	13,5	14,7	35,7	50,4
SD	0,0	0,0	3,5	3,5	0,3	3,5
18 25	0,4	0,3	10,5	11,2	9,1	20,2
SD	0,2	0,1	3,5	3,5	4,3	5,6
18 50	0,2	0,2	8,0	8,4	17,8	26,2
SD	0,1	0,0	0,0	0,1	8,3	8,3
18 75	0,6	0,3	33,0	33,9	15,1	49,0
SD	0,2	0,1	2,8	2,8	4,3	5,2
18 F	0,6	0,3	21,0	21,9	12,0	33,9
SD	0,1	0,0	1,4	1,4	0,1	1,4

SD – Desvio Padrão

Amostra 1 - CTC (mmol.kg ⁻¹)						
	Na	K	Ca+Mg	SB	Acidez	CTC
12 5	2,2	2,5	38,5	43,2	51,4	94,5
SD	0,2	0,1	3,5	3,5	11,8	12,4
12 25	0,9	0,9	19,0	20,9	44,3	65,2
SD	0,1	0,0	4,2	4,2	4,3	6,1
12 50	0,5	0,6	15,0	16,1	24,0	40,1
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,2	1,4
12 75	0,4	0,5	10,5	11,4	17,9	29,3
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,1	0,7
12 F	0,5	0,8	12,0	13,2	11,9	25,1
SD	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1
13 5	0,3	0,7	14,5	15,4	14,9	30,3
SD	0,1	0,1	2,1	2,1	4,1	4,6
13 25	0,2	0,5	13,0	13,7	12,0	25,7
SD	0,0	0,0	4,2	4,2	0,0	4,2
13 50	0,1	0,5	6,0	6,6	11,9	18,5
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
13 75	0,2	0,3	7,5	8,0	20,8	28,8
SD	0,1	0,1	0,7	0,7	4,3	4,4
13 F	0,2	0,3	13,0	13,4	11,9	25,3
SD	0,1	0,1	8,5	8,5	8,4	11,9
14 5	0,8	1,3	35,5	37,6	12,0	49,6
SD	0,6	0,4	7,8	7,8	0,1	7,8
14 25	0,2	0,6	37,0	37,9	6,1	43,9
SD	0,0	0,0	4,2	4,2	0,1	4,2
14 50	0,1	0,3	19,0	19,4	6,0	25,4
SD	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1
14 75	0,4	0,2	11,0	11,6	17,9	29,4
SD	0,1	0,1	2,8	2,8	0,1	2,8
14 F	0,6	0,2	14,0	14,8	8,9	23,7
SD	0,2	0,1	7,1	7,1	4,3	8,3
15 5	2,7	2,9	64,0	69,6	11,8	81,4
SD	0,2	0,1	1,4	1,4	0,1	1,4
15 25	0,9	0,8	26,5	28,2	12,0	40,1
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,7
15 50	0,7	0,5	14,0	15,2	11,8	27,1
SD	0,2	0,1	8,5	8,5	0,1	8,5
15 75	0,4	0,5	13,0	14,0	20,9	34,8
SD	0,1	0,1	0,0	0,1	4,0	4,0
15 F	0,5	0,5	14,0	15,0	27,2	42,2
SD	0,2	0,1	1,4	1,4	12,6	12,7
16 5	3,7	2,5	47,0	53,2	69,3	122,5
SD	0,4	0,2	4,2	4,3	3,6	5,6
16 25	0,6	0,6	13,0	14,2	45,1	59,4
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	4,4	4,6
16 50	0,2	0,4	8,0	8,6	27,0	35,6
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	4,3	4,3
16 75	0,3	0,4	14,5	15,3	17,7	33,0
SD	0,0	0,0	3,5	3,5	0,3	3,5
16 F	0,3	0,4	12,5	13,2	23,6	36,8
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,7
18 5	1,6	1,4	20,0	23,0	36,2	59,1
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,4
18 25	0,8	0,4	15,5	16,6	26,9	43,5
SD	0,1	0,0	0,7	0,7	4,2	4,3
18 50	0,2	0,2	7,5	7,9	14,9	22,8
SD	0,0	0,0	2,1	2,1	4,4	4,9
18 75	0,1	0,2	10,5	10,9	14,9	25,8
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	4,2	4,3
18 F	0,2	0,2	9,5	9,9	9,0	19,0
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	4,2	4,3

SD – Desvio Padrão

Amostra 4 - CTC (mmol.kg ⁻¹)						
	Na	K	Ca+Mg	SB	Acidez	CTC
12 5	0,7	1,2	18,5	20,4	99,2	119,6
SD	0,3	0,2	0,7	0,8	4,3	4,4
12 25	0,1	0,3	12,5	13,0	59,6	72,6
SD	0,0	0,0	4,9	4,9	0,4	5,0
12 50	0,1	0,6	13,5	14,3	30,2	44,4
SD	0,1	0,0	0,7	0,7	0,1	0,7
12 75	0,2	0,5	14,0	14,6	14,8	29,5
SD	0,1	0,1	0,0	0,2	4,1	4,1
12 F	0,3	0,5	11,5	12,2	9,0	21,2
SD	0,0	0,0	2,1	2,1	4,2	4,7
13 5	0,4	1,0	22,0	23,4	12,0	35,4
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	8,5	8,5
13 25	0,4	0,5	15,5	16,4	14,9	31,3
SD	0,0	0,0	3,5	3,5	4,4	5,6
13 50	0,3	0,3	12,0	12,7	11,9	24,6
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,1	1,4
13 75	0,3	0,3	13,5	14,0	18,0	32,1
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	8,5	8,5
13 F	0,2	0,2	16,0	16,4	18,1	34,5
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	8,6	8,7
14 5	0,3	1,4	64,5	66,3	15,1	81,3
SD	0,0	0,0	14,8	14,8	4,2	15,4
14 25	0,3	0,7	45,5	46,5	12,0	58,5
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,7
14 50	0,2	0,4	32,0	32,5	11,9	44,4
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,1	1,4
14 75	0,1	0,3	40,0	40,4	8,9	49,4
SD	0,0	0,0	7,1	7,1	4,2	8,2
14 F	0,2	0,3	24,5	25,0	11,9	36,9
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,7
15 5	0,5	1,4	22,5	24,4	66,3	90,7
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	8,7	8,7
15 25	0,1	0,4	26,0	26,5	17,7	44,2
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,3	1,4
15 50	0,2	0,5	17,0	17,7	24,1	41,8
SD	0,1	0,1	1,4	1,4	0,1	1,4
15 75	0,1	0,5	31,0	31,6	24,1	55,7
SD	0,1	0,0	1,4	1,4	0,0	1,4
15 F	0,2	0,6	28,0	28,8	30,1	58,9
SD	0,0	0,0	4,2	4,2	0,1	4,2
16 5	0,4	1,0	23,5	24,9	99,7	124,6
SD	0,0	0,0	2,1	2,1	30,1	30,1
16 25	0,2	0,4	16,0	16,5	57,5	74,0
SD	0,0	0,0	8,5	8,5	13,2	15,7
16 50	0,1	0,4	10,5	11,0	38,6	49,6
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	21,5	21,5
16 75	0,1	0,3	12,5	12,9	47,7	60,7
SD	0,0	0,0	0,7	0,7	25,3	25,3
16 F	0,3	0,3	11,0	11,6	27,0	38,5
SD	0,0	0,0	2,8	2,8	4,2	5,1
18 5	0,5	1,1	28,0	29,7	87,0	116,7
SD	0,0	0,0	0,0	0,0	4,2	4,2
18 25	0,1	0,3	14,0	14,4	41,7	56,1
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,3	1,4
18 50	0,1	0,3	16,0	16,4	27,1	43,4
SD	0,0	0,0	5,7	5,7	4,4	7,2
18 75	0,2	0,1	9,0	9,4	15,0	24,4
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	4,3	4,5
18 F	0,2	0,2	11,0	11,4	12,0	23,4
SD	0,0	0,0	1,4	1,4	0,0	1,4

SD – Desvio Padrão

Matéria Orgânica									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
12 5	9,5%	12 5	10,6%	12 5	24,9%	12 5	12,8%	12 5	27,3%
SD	0,3%	SD	0,6%	SD	2,4%	SD	2,2%	SD	0,1%
12 25	6,2%	12 25	5,4%	12 25	5,6%	12 25	8,9%	12 25	5,9%
SD	0,6%	SD	1,9%	SD	0,2%	SD	2,5%	SD	0,5%
12 50	7,4%	12 50	6,9%	12 50	5,5%	12 50	6,3%	12 50	6,2%
SD	1,6%	SD	0,1%	SD	1,2%	SD	0,2%	SD	0,4%
12 75	6,0%	12 75	5,8%	12 75	5,2%	12 75	6,1%	12 75	6,9%
SD	0,1%	SD	0,4%	SD	0,0%	SD	0,2%	SD	0,6%
12 F	6,4%	12 F	5,8%	12 F	5,6%	12 F	5,7%	12 F	5,3%
SD	0,1%	SD	0,5%	SD	0,4%	SD	0,6%	SD	0,2%
13 5	6,2%	13 5	5,4%	13 5	5,6%	13 5	6,4%	13 5	5,9%
SD	0,0%	SD	0,1%	SD	0,1%	SD	0,6%	SD	0,0%
13 25	6,2%	13 25	5,2%	13 25	5,2%	13 25	6,1%	13 25	5,8%
SD	0,2%	SD	0,2%	SD	0,1%	SD	0,6%	SD	0,5%
13 50	5,9%	13 50	5,8%	13 50	5,3%	13 50	5,4%	13 50	4,3%
SD	0,0%	SD	0,0%	SD	0,2%	SD	0,3%	SD	1,1%
13 75	5,4%	13 75	5,6%	13 75	5,1%	13 75	5,8%	13 75	5,7%
SD	0,8%	SD	0,4%	SD	0,3%	SD	0,5%	SD	0,2%
13 F	5,5%	13 F	4,6%	13 F	5,1%	13 F	5,0%	13 F	5,4%
SD	0,1%	SD	0,1%	SD	0,0%	SD	0,6%	SD	0,5%
14 5	5,6%	14 5	5,5%	14 5	5,6%	14 5	6,2%	14 5	6,1%
SD	0,0%	SD	0,6%	SD	0,5%	SD	0,4%	SD	0,3%
14 25	5,2%	14 25	5,6%	14 25	4,9%	14 25	5,8%	14 25	5,8%
SD	0,6%	SD	0,3%	SD	0,9%	SD	0,2%	SD	0,1%
14 50	4,9%	14 50	5,3%	14 50	5,0%	14 50	5,6%	14 50	5,7%
SD	0,9%	SD	0,3%	SD	0,1%	SD	0,3%	SD	0,5%
14 75	4,4%	14 75	4,9%	14 75	4,6%	14 75	5,2%	14 75	5,0%
SD	0,1%	SD	0,2%	SD	0,4%	SD	0,3%	SD	0,1%
14 F	4,7%	14 F	3,9%	14 F	3,7%	14 F	5,0%	14 F	4,5%
SD	0,2%	SD	0,2%	SD	0,0%	SD	0,4%	SD	0,0%

SD – Desvio Padrão

Matéria Orgânica									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
15 5	9,1%	15 5	9,9%	15 5	17,9%	15 5	20,3%	15 5	17,7%
SD	0,1%	SD	1,0%	SD	0,4%	SD	2,1%	SD	1,8%
15 25	4,8%	15 25	5,8%	15 25	4,2%	15 25	7,1%	15 25	4,4%
SD	0,1%	SD	0,6%	SD	1,9%	SD	0,1%	SD	0,2%
15 50	3,8%	15 50	4,0%	15 50	3,5%	15 50	4,2%	15 50	5,0%
SD	0,0%	SD	0,1%	SD	0,1%	SD	0,5%	SD	0,7%
15 75	3,6%	15 75	4,0%	15 75	4,0%	15 75	3,6%	15 75	4,8%
SD	0,0%	SD	0,0%	SD	0,1%	SD	0,5%	SD	0,6%
15 F	3,9%	15 F	4,0%	15 F	4,2%	15 F	3,7%	15 F	4,1%
SD	0,0%	SD	0,2%	SD	0,2%	SD	0,0%	SD	1,2%
16 5	9,6%	16 5	11,2%	16 5	18,2%	16 5	14,3%	16 5	15,8%
SD	0,5%	SD	0,7%	SD	0,6%	SD	0,9%	SD	0,1%
16 25	4,8%	16 25	4,5%	16 25	5,1%	16 25	4,4%	16 25	4,6%
SD	0,2%	SD	0,4%	SD	0,2%	SD	0,1%	SD	0,3%
16 50	3,7%	16 50	3,8%	16 50	3,4%	16 50	3,7%	16 50	4,9%
SD	0,1%	SD	0,2%	SD	0,1%	SD	0,0%	SD	0,2%
16 75	3,6%	16 75	4,8%	16 75	4,1%	16 75	3,4%	16 75	5,3%
SD	0,1%	SD	0,9%	SD	0,2%	SD	0,0%	SD	0,4%
16 F	3,9%	16 F	4,0%	16 F	3,3%	16 F	3,5%	16 F	3,7%
SD	0,3%	SD	0,3%	SD	0,2%	SD	0,1%	SD	0,2%
18 5	6,8%	18 5	6,9%	18 5	10,9%	18 5	12,8%	18 5	15,3%
SD	0,0%	SD	0,2%	SD	1,8%	SD	1,1%	SD	1,5%
18 25	4,6%	18 25	4,4%	18 25	5,3%	18 25	4,6%	18 25	5,2%
SD	0,3%	SD	0,2%	SD	0,2%	SD	0,5%	SD	0,8%
18 50	4,0%	18 50	3,5%	18 50	4,2%	18 50	3,8%	18 50	3,7%
SD	0,0%	SD	0,2%	SD	0,5%	SD	0,1%	SD	0,2%
18 75	4,2%	18 75	3,5%	18 75	4,1%	18 75	3,7%	18 75	3,6%
SD	0,0%	SD	0,3%	SD	0,2%	SD	0,3%	SD	0,1%
18 F	3,6%	18 F	3,2%	18 F	3,9%	18 F	3,5%	18 F	4,3%
SD	0,0%	SD	0,0%	SD	0,1%	SD	0,2%	SD	1,2%

SD – Desvio Padrão

VIII – CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO EXTRATO SATURADO DO SOLO

CONDUTIVIDADE ELÉTRICA - dS.m ⁻¹									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
12 5	1,1	12 5	3,2	12 5	3,3	12 5	0,3	12 5	0,8
SD	0,0	SD	0,5	SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0
12 25	0,7	12 25	1,3	12 25	1,0	12 25	0,9	12 25	0,3
SD	0,3	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
12 50	0,3	12 50	0,8	12 50	0,8	12 50	0,6	12 50	0,4
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1
12 75	0,3	12 75	0,6	12 75	0,6	12 75	0,5	12 75	0,4
SD	0,1	SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1
12 F	0,2	12 F	0,6	12 F	0,4	12 F	0,4	12 F	0,4
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 5	0,3	13 5	0,2	13 5	0,4	13 5	0,2	13 5	0,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 25	0,2	13 25	0,1	13 25	0,1	13 25	0,1	13 25	0,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 50	0,3	13 50	0,1	13 50	0,1	13 50	0,1	13 50	0,1
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 75	0,2	13 75	0,1	13 75	0,1	13 75	0,1	13 75	0,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 F	0,1	13 F	0,1	13 F	0,1	13 F	0,1	13 F	0,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 5	0,8	14 5	0,4	14 5	0,5	14 5	0,3	14 5	0,2
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 25	0,4	14 25	0,5	14 25	0,4	14 25	0,4	14 25	0,3
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 50	0,3	14 50	0,2	14 50	0,2	14 50	0,2	14 50	0,3
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 75	0,3	14 75	0,2	14 75	0,1	14 75	0,2	14 75	0,2
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 F	0,1	14 F	0,1	14 F	0,1	14 F	0,2	14 F	0,2
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0

SD – Desvio Padrão

CONDUTIVIDADE ELÉTRICA - dS.m ⁻¹									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
15 5	0,7	15 5	3,6	15 5	2,4	15 5	0,8	15 5	0,9
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,2	SD	0,1	SD	0,1
15 25	0,3	15 25	1,5	15 25	1,0	15 25	0,5	15 25	0,5
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
15 50	0,3	15 50	0,9	15 50	0,5	15 50	0,4	15 50	0,5
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
15 75	0,2	15 75	0,7	15 75	0,5	15 75	0,3	15 75	0,5
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
15 F	0,1	15 F	0,7	15 F	0,7	15 F	0,4	15 F	0,5
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
16 5	0,8	16 5	3,6	16 5	3,0	16 5	0,5	16 5	0,8
SD	0,0	SD	0,7	SD	0,2	SD	0,1	SD	0,0
16 25	0,4	16 25	1,3	16 25	0,8	16 25	0,7	16 25	0,4
SD	0,1	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,0
16 50	0,3	16 50	0,6	16 50	0,6	16 50	0,6	16 50	0,4
SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
16 75	0,3	16 75	0,8	16 75	0,4	16 75	0,4	16 75	0,4
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
16 F	0,2	16 F	0,7	16 F	0,3	16 F	0,3	16 F	0,3
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0
18 5	0,3	18 5	2,1	18 5	2,5	18 5	0,8	18 5	0,6
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1
18 25	0,4	18 25	1,1	18 25	0,9	18 25	0,5	18 25	0,3
SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
18 50	0,2	18 50	0,4	18 50	0,4	18 50	0,3	18 50	0,3
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
18 75	0,2	18 75	0,4	18 75	0,6	18 75	0,2	18 75	0,3
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
18 F	0,1	18 F	0,4	18 F	0,7	18 F	0,3	18 F	0,3
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0

SD – Desvio Padrão

IX – pH DO SOLO

pH									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
12 5	3,1	12 5	3,5	12 5	3,4	12 5	3,6	12 5	3,5
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0
12 25	3,2	12 25	3,5	12 25	3,3	12 25	3,5	12 25	3,5
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0
12 50	3,3	12 50	3,5	12 50	3,5	12 50	3,7	12 50	3,9
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0
12 75	3,5	12 75	3,6	12 75	3,6	12 75	3,9	12 75	3,9
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0
12 F	3,9	12 F	4,1	12 F	3,8	12 F	4,2	12 F	4,1
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1
13 5	4,0	13 5	3,9	13 5	4,6	13 5	4,7	13 5	4,7
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0
13 25	4,0	13 25	4,2	13 25	4,2	13 25	4,6	13 25	4,8
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,2	SD	0,1	SD	0,0
13 50	3,9	13 50	4,2	13 50	4,2	13 50	4,5	13 50	4,5
SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0
13 75	4,0	13 75	4,4	13 75	4,2	13 75	4,6	13 75	4,5
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
13 F	4,4	13 F	4,3	13 F	4,1	13 F	4,5	13 F	4,5
SD	0,0	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
14 5	7,1	14 5	6,4	14 5	6,4	14 5	6,7	14 5	6,8
SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,1
14 25	5,7	14 25	6,2	14 25	6,3	14 25	6,5	14 25	6,6
SD	0,1	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,1
14 50	5,6	14 50	5,4	14 50	5,1	14 50	6,0	14 50	6,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,1
14 75	5,6	14 75	5,6	14 75	4,9	14 75	5,8	14 75	5,9
SD	0,1	SD	0,2	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,0
14 F	4,6	14 F	4,6	14 F	4,2	14 F	5,3	14 F	5,9
SD	0,1	SD	0,2	SD	0,2	SD	0,2	SD	0,1

SD – Desvio Padrão

pH									
Solo 0		Solo 1		Solo 2		Solo 3		Solo 4	
15 5	5,4	15 5	4,5	15 5	4,1	15 5	3,9	15 5	3,7
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,0
15 25	4,1	15 25	4,0	15 25	3,9	15 25	3,9	15 25	4,1
SD	0,1	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,1	SD	0,0
15 50	3,9	15 50	3,9	15 50	3,8	15 50	3,9	15 50	3,8
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
15 75	4,1	15 75	3,9	15 75	3,8	15 75	3,9	15 75	3,9
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,5	SD	0,0	SD	0,1
15 F	4,3	15 F	4,0	15 F	4,4	15 F	4,3	15 F	4,0
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,5	SD	0,3	SD	0,1
16 5	3,4	16 5	3,5	16 5	3,4	16 5	3,4	16 5	3,4
SD	0,2	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,0	SD	0,1
16 25	3,6	16 25	3,6	16 25	3,4	16 25	3,4	16 25	3,4
SD	0,1	SD	0,0	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0
16 50	3,8	16 50	3,7	16 50	4,0	16 50	3,6	16 50	3,6
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0
16 75	3,9	16 75	3,7	16 75	3,6	16 75	3,8	16 75	3,7
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0
16 F	4,1	16 F	4,0	16 F	4,1	16 F	3,9	16 F	3,9
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0
18 5	3,5	18 5	3,6	18 5	4,0	18 5	4,1	18 5	3,6
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,0
18 25	3,6	18 25	3,6	18 25	3,9	18 25	3,8	18 25	3,6
SD	0,0	SD	0,1	SD	0,3	SD	0,1	SD	0,1
18 50	3,9	18 50	3,7	18 50	4,1	18 50	3,8	18 50	4,0
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,0	SD	0,0
18 75	4,0	18 75	3,8	18 75	4,5	18 75	4,1	18 75	4,1
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,2	SD	0,2	SD	0,0
18 F	3,7	18 F	3,7	18 F	4,3	18 F	4,0	18 F	4,0
SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0	SD	0,0

SD – Desvio Padrão

X – LÍQUIDO PERCOLADO DOS COLETORES DE DRENAGEM LIVRE

123

Amostra 0 -percolado - Concentração (mg.L⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 25	1,91	0,02	ND	0,10	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 50	0,65	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 75	0,05	ND	ND	0,34	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 F	0,09	ND	ND	0,69	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 25	0,04	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 50	0,01	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 75	0,14	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 F	0,14	ND	ND	0,08	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 25	0,08	ND	ND	0,14	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 50	0,01	ND	ND	0,04	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 75	ND	ND	ND	0,03	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 F	0,02	ND	ND	0,26	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 25	0,24	0,02	ND	1,25	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 50	0,16	ND	ND	0,01	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 75	0,04	ND	ND	0,06	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 25	1,36	0,01	ND	0,12	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 75	0,01	ND	ND	0,08	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 F	0,16	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 25	0,29	0,02	ND	0,10	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 50	0,06	ND	ND	0,06	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 75	0,02	ND	ND	0,06	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 F	0,02	ND	ND	0,03	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

SD – Desvio Padrão

Amostra 1 -percolado - Concentração (mg.L⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 25	8,53	ND	ND	0,15	ND	ND
SD	0,16	0,00	0,00	0,03	0,00	0,00
12 50	6,38	ND	ND	0,06	ND	ND
SD	0,08	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00
12 75	0,10	ND	ND	0,01	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00
12 F	0,18	ND	ND	0,04	ND	ND
SD	0,11	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00
13 25	0,05	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00
13 50	ND	ND	ND	0,03	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 75	0,00	ND	ND	0,05	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 F	0,10	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 25	0,23	ND	ND	0,09	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 50	0,08	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 75	0,18	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 25	7,08	0,02	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 50	0,05	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 75	0,15	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 F	0,16	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 25	14,25	0,02	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 50	1,95	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 75	0,04	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 F	3,60	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 25	0,89	0,07	ND	0,01	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 50	0,23	0,01	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

SD – Desvio Padrão

Amostra 2 -percolado - Concentração (mg.L⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 25	10,57	0,01	ND	0,14	0,03	ND
SD	2,01	0,01	0,00	0,02	0,01	0,00
12 50	12,50	ND	ND	ND	0,02	ND
SD	0,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 75	0,01	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 F	0,00	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 25	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 50	0,03	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 F	0,01	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 25	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 F	0,02	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 25	3,58	0,04	ND	ND	0,03	ND
SD	0,04	0,02	0,00	0,00	0,02	0,00
15 50	0,54	0,02	ND	ND	0,02	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 75	0,41	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 F	0,37	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 25	31,46	0,07	ND	ND	0,03	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 50	2,81	0,01	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 75	0,05	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 F	0,18	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 25	1,75	0,01	ND	ND	0,01	ND
SD	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
18 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

SD – Desvio Padrão

Amostra 3 -percolado - Concentração (mg.L⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 25	13,67	ND	ND	0,18	0,01	ND
SD	0,16	0,00	0,00	0,07	0,00	0,00
12 50	10,35	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,34	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 75	0,00	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 25	ND	ND	ND	0,02	0,05	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,02	0,07	0,00
13 50	ND	ND	ND	0,06	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,08	0,00	0,00
13 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 F	0,00	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 25	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 50	ND	ND	ND	ND	0,05	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,07	0,00
14 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 F	0,03	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 25	2,90	ND	ND	ND	0,01	ND
SD	0,23	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
15 50	2,40	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 75	0,08	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 F	0,34	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 25	25,88	0,06	ND	0,10	0,01	ND
SD	2,60	0,01	0,00	0,04	0,00	0,00
16 50	10,33	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 75	0,13	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 F	0,12	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 25	2,02	ND	ND	0,03	0,00	ND
SD	0,18	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00
18 50	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 75	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 F	ND	ND	ND	ND	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

SD – Desvio Padrão

Amostra 4 -percolado - Concentração (mg.L⁻¹)						
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Cd
12 25	2,06	ND	0,07	0,04	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 50	2,09	ND	0,04	0,03	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 75	0,02	ND	0,01	0,03	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12 F	0,02	ND	0,00	0,02	ND	ND
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 25	0,10	ND	0,00	0,05	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 50	0,11	ND	ND	0,03	ND	0,00
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 75	0,03	ND	ND	0,01	ND	0,00
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13 F	0,05	ND	ND	0,04	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 25	0,02	ND	ND	0,05	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 50	0,02	ND	ND	0,04	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 75	0,06	ND	ND	0,06	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14 F	0,09	ND	ND	0,04	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 25	2,09	ND	0,01	0,03	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 50	0,75	ND	ND	0,06	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 75	0,04	ND	ND	0,06	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15 F	0,10	ND	ND	0,05	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 25	1,13	ND	ND	0,10	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 50	2,09	ND	ND	0,08	ND	0,02
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 75	0,19	ND	ND	0,07	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16 F	0,06	ND	ND	0,08	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 25	0,29	ND	ND	0,07	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 50	ND	ND	ND	0,08	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 75	0,01	ND	ND	0,08	ND	0,01
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18 F	0,12	ND	ND	0,07	ND	0,02
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

SD – Desvio Padrão

XI –PERCENTUAL DE BIODISPONIBILIDADE EM RELAÇÃO AO TEOR PSEUDO-TOTAL

Amostra 0 -HCl/HNO3						Amostra 1 -HCl/HNO3						Amostra 2 -HCl/HNO3					
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	44%	79%	N.D.	84%	15%	12 5	100%	66%	30%	66%	23%	12 5	94%	71%	39%	38%	19%
12 25	63%	34%	N.D.	54%	2%	12 25	43%	51%	12%	66%	11%	12 25	64%	50%	N.D.	39%	3%
12 50	62%	31%	N.D.	29%	N.D.	12 50	53%	47%	12%	58%	6%	12 50	62%	54%	N.D.	41%	2%
12 75	61%	22%	N.D.	17%	N.D.	12 75	53%	34%	6%	43%	3%	12 75	58%	44%	N.D.	30%	2%
12 F	87%	28%	N.D.	13%	4%	12 F	51%	40%	5%	51%	3%	12 F	51%	33%	N.D.	25%	N.D.
13 5	94%	49%	N.D.	49%	11%	13 5	4%	6%	N.D.	66%	3%	13 5	40%	32%	N.D.	25%	3%
13 25	97%	14%	N.D.	N.D.	6%	13 25	7%	10%	N.D.	31%	4%	13 25	24%	13%	N.D.	14%	N.D.
13 50	100%	12%	N.D.	N.D.	12%	13 50	19%	7%	N.D.	70%	2%	13 50	12%	6%	N.D.	8%	N.D.
13 75	76%	13%	N.D.	N.D.	6%	13 75	20%	N.D.	N.D.	N.D.	3%	13 75	11%	6%	N.D.	10%	N.D.
13 F	100%	13%	N.D.	N.D.	9%	13 F	22%	N.D.	N.D.	21%	3%	13 F	18%	6%	N.D.	11%	N.D.
14 5	63%	42%	N.D.	18%	9%	14 5	30%	23%	N.D.	36%	3%	14 5	49%	31%	N.D.	17%	3%
14 25	94%	27%	N.D.	N.D.	7%	14 25	11%	13%	N.D.	19%	N.D.	14 25	16%	10%	N.D.	8%	N.D.
14 50	100%	25%	N.D.	N.D.	15%	14 50	13%	6%	N.D.	N.D.	N.D.	14 50	31%	6%	N.D.	7%	N.D.
14 75	100%	32%	N.D.	N.D.	20%	14 75	28%	6%	N.D.	37%	N.D.	14 75	37%	4%	N.D.	6%	N.D.
14 F	N.D.	26%	N.D.	N.D.	17%	14 F	17%	6%	N.D.	42%	N.D.	14 F	49%	6%	N.D.	5%	N.D.
15 5	40%	71%	N.D.	70%	24%	15 5	100%	81%	40%	73%	29%	15 5	76%	71%	37%	52%	26%
15 25	81%	46%	N.D.	13%	15%	15 25	47%	60%	18%	65%	10%	15 25	81%	55%	N.D.	52%	7%
15 50	100%	35%	N.D.	N.D.	17%	15 50	57%	52%	N.D.	75%	5%	15 50	58%	38%	N.D.	43%	N.D.
15 75	92%	34%	N.D.	N.D.	17%	15 75	64%	57%	N.D.	82%	5%	15 75	55%	50%	N.D.	75%	8%
15 F	78%	36%	N.D.	N.D.	16%	15 F	55%	46%	N.D.	40%	5%	15 F	78%	68%	63%	62%	8%
16 5	37%	54%	N.D.	57%	18%	16 5	100%	82%	22%	58%	27%	16 5	100%	96%	35%	58%	25%
16 25	69%	35%	N.D.	8%	12%	16 25	54%	51%	N.D.	63%	6%	16 25	50%	50%	14%	66%	5%
16 50	100%	21%	N.D.	N.D.	24%	16 50	63%	53%	N.D.	66%	5%	16 50	81%	43%	N.D.	19%	N.D.
16 75	88%	27%	N.D.	N.D.	25%	16 75	56%	57%	N.D.	53%	6%	16 75	54%	56%	N.D.	42%	6%
16 F	100%	40%	N.D.	N.D.	24%	16 F	54%	49%	N.D.	94%	7%	16 F	92%	41%	N.D.	35%	N.D.
18 5	73%	55%	N.D.	37%	23%	18 5	60%	60%	7%	50%	11%	18 5	83%	46%	23%	42%	15%
18 25	76%	35%	N.D.	5%	23%	18 25	33%	46%	N.D.	83%	4%	18 25	62%	35%	N.D.	26%	4%
18 50	94%	27%	N.D.	N.D.	24%	18 50	34%	27%	N.D.	N.D.	N.D.	18 50	48%	18%	N.D.	10%	N.D.
18 75	80%	34%	N.D.	6%	38%	18 75	27%	21%	N.D.	N.D.	N.D.	18 75	77%	17%	N.D.	N.D.	N.D.
18 F	41%	22%	N.D.	N.D.	47%	18 F	42%	33%	N.D.	100%	N.D.	18 F	72%	17%	N.D.	N.D.	N.D.

N.D.- Não Disponível

Amostra 3 -HCl/HNO3

	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	83%	68%	25%	77%	22%
12 25	46%	61%	9%	56%	16%
12 50	48%	32%	N.D.	57%	6%
12 75	46%	26%	N.D.	50%	6%
12 F	45%	18%	N.D.	34%	6%
13 5	33%	32%	N.D.	58%	7%
13 25	19%	16%	N.D.	29%	3%
13 50	8%	7%	N.D.	54%	3%
13 75	16%	7%	N.D.	20%	3%
13 F	20%	9%	N.D.	37%	N.D.
14 5	25%	26%	N.D.	46%	3%
14 25	7%	11%	N.D.	21%	N.D.
14 50	7%	7%	N.D.	18%	2%
14 75	14%	7%	N.D.	11%	2%
14 F	18%	6%	N.D.	10%	N.D.
15 5	65%	61%	27%	59%	25%
15 25	55%	50%	N.D.	56%	6%
15 50	43%	43%	N.D.	32%	N.D.
15 75	41%	23%	N.D.	43%	N.D.
15 F	47%	25%	N.D.	57%	N.D.
16 5	42%	48%	14%	45%	11%
16 25	51%	73%	N.D.	67%	7%
16 50	56%	45%	N.D.	60%	N.D.
16 75	51%	18%	N.D.	43%	N.D.
16 F	43%	15%	N.D.	35%	N.D.
18 5	98%	59%	16%	57%	18%
18 25	51%	49%	N.D.	73%	4%
18 50	48%	37%	N.D.	29%	N.D.
18 75	39%	23%	N.D.	17%	N.D.
18 F	53%	24%	N.D.	13%	N.D.

N.D.- Não Disponível

Amostra 4 -HCl/HNO3

	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	60%	80%	30%	69%	21%
12 25	21%	39%	N.D.	73%	N.D.
12 50	50%	53%	9%	55%	N.D.
12 75	33%	47%	N.D.	53%	N.D.
12 F	11%	22%	N.D.	43%	N.D.
13 5	N.D.	25%	N.D.	86%	N.D.
13 25	N.D.	7%	N.D.	51%	N.D.
13 50	N.D.	N.D.	N.D.	26%	N.D.
13 75	N.D.	N.D.	N.D.	41%	N.D.
13 F	N.D.	N.D.	N.D.	31%	N.D.
14 5	9%	29%	N.D.	40%	N.D.
14 25	N.D.	11%	N.D.	60%	N.D.
14 50	N.D.	N.D.	N.D.	36%	N.D.
14 75	N.D.	N.D.	N.D.	30%	N.D.
14 F	75%	N.D.	N.D.	20%	N.D.
15 5	71%	69%	32%	70%	26%
15 25	87%	70%	18%	57%	4%
15 50	79%	65%	N.D.	81%	3%
15 75	68%	75%	13%	91%	5%
15 F	67%	67%	17%	68%	7%
16 5	58%	91%	12%	78%	24%
16 25	78%	59%	N.D.	87%	7%
16 50	59%	80%	N.D.	83%	8%
16 75	46%	78%	N.D.	78%	9%
16 F	37%	65%	N.D.	57%	5%
18 5	60%	93%	20%	78%	26%
18 25	64%	40%	N.D.	44%	4%
18 50	57%	32%	N.D.	38%	4%
18 75	23%	30%	N.D.	27%	8%
18 F	32%	33%	N.D.	27%	7%

Amostra 0 -DTPA/HNO3						Amostra 1 -DTPA/HNO3						Amostra 2 -DTPA/HNO3					
	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	41%	28%	12%	5%	N.D.	12 5	14%	7%	N.D.	N.D.	N.D.	12 5	12%	3%	5%	N.D.	N.D.
12 25	13%	6%	N.D.	N.D.	N.D.	12 25	31%	18%	N.D.	N.D.	N.D.	12 25	31%	14%	N.D.	N.D.	N.D.
12 50	20%	11%	N.D.	N.D.	N.D.	12 50	35%	18%	N.D.	N.D.	N.D.	12 50	28%	10%	N.D.	N.D.	N.D.
12 75	21%	7%	N.D.	N.D.	N.D.	12 75	30%	13%	N.D.	N.D.	N.D.	12 75	15%	7%	N.D.	N.D.	N.D.
12 F	31%	9%	N.D.	N.D.	N.D.	12 F	27%	12%	N.D.	N.D.	N.D.	12 F	25%	15%	N.D.	N.D.	N.D.
13 5	27%	17%	N.D.	N.D.	N.D.	13 5	9%	6%	N.D.	N.D.	N.D.	13 5	14%	12%	N.D.	N.D.	N.D.
13 25	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 25	4%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 25	7%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 50	100%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 50	9%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 50	5%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 75	32%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 75	9%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	13 75	4%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 5	18%	13%	N.D.	N.D.	N.D.	14 5	12%	6%	N.D.	N.D.	N.D.	14 5	20%	9%	N.D.	N.D.	N.D.
14 25	12%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 25	6%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 25	9%	6%	N.D.	N.D.	N.D.
14 50	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 50	12%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 50	8%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 75	100%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 75	21%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 75	10%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 F	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 F	13%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	14 F	32%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
15 5	34%	33%	N.D.	N.D.	N.D.	15 5	59%	21%	6%	8%	N.D.	15 5	17%	8%	8%	N.D.	N.D.
15 25	30%	21%	N.D.	N.D.	N.D.	15 25	33%	16%	N.D.	N.D.	N.D.	15 25	59%	44%	N.D.	N.D.	N.D.
15 50	56%	14%	N.D.	N.D.	N.D.	15 50	30%	15%	N.D.	N.D.	N.D.	15 50	37%	22%	N.D.	N.D.	N.D.
15 75	35%	16%	N.D.	N.D.	N.D.	15 75	35%	18%	N.D.	N.D.	N.D.	15 75	56%	46%	N.D.	N.D.	N.D.
15 F	27%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	15 F	36%	18%	N.D.	N.D.	N.D.	15 F	54%	51%	N.D.	N.D.	N.D.
16 5	38%	29%	N.D.	9%	N.D.	16 5	17%	7%	N.D.	N.D.	N.D.	16 5	24%	3%	4%	N.D.	N.D.
16 25	43%	29%	N.D.	N.D.	N.D.	16 25	50%	27%	N.D.	N.D.	N.D.	16 25	41%	25%	N.D.	N.D.	N.D.
16 50	57%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	16 50	29%	14%	N.D.	N.D.	N.D.	16 50	59%	30%	N.D.	N.D.	N.D.
16 75	20%	10%	N.D.	N.D.	N.D.	16 75	37%	21%	N.D.	N.D.	N.D.	16 75	30%	16%	N.D.	N.D.	N.D.
16 F	20%	13%	N.D.	N.D.	N.D.	16 F	41%	21%	N.D.	N.D.	N.D.	16 F	64%	30%	N.D.	N.D.	N.D.
18 5	31%	30%	N.D.	14%	N.D.	18 5	39%	21%	N.D.	N.D.	N.D.	18 5	35%	12%	7%	N.D.	N.D.
18 25	24%	16%	N.D.	N.D.	N.D.	18 25	40%	22%	N.D.	N.D.	N.D.	18 25	37%	14%	N.D.	N.D.	N.D.
18 50	30%	13%	N.D.	N.D.	N.D.	18 50	24%	6%	N.D.	N.D.	N.D.	18 50	29%	10%	N.D.	N.D.	N.D.
18 75	21%	12%	N.D.	N.D.	N.D.	18 75	18%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	18 75	45%	7%	N.D.	N.D.	N.D.
18 F	16%	13%	N.D.	N.D.	N.D.	18 F	28%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	18 F	48%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

N.D.- Não Disponível

Amostra 3 -DTPA/HNO3

	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	3%	3%	N.D.	N.D.	N.D.
12 25	7%	7%	N.D.	N.D.	N.D.
12 50	22%	8%	N.D.	N.D.	N.D.
12 75	19%	5%	N.D.	N.D.	N.D.
12 F	17%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 5	8%	8%	N.D.	N.D.	N.D.
13 25	6%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 50	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 75	5%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 5	12%	11%	N.D.	N.D.	N.D.
14 25	3%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 50	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 75	3%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 F	5%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
15 5	3%	3%	N.D.	N.D.	N.D.
15 25	29%	19%	N.D.	N.D.	N.D.
15 50	29%	25%	N.D.	N.D.	N.D.
15 75	29%	8%	N.D.	N.D.	N.D.
15 F	25%	13%	N.D.	N.D.	N.D.
16 5	3%	5%	N.D.	N.D.	N.D.
16 25	36%	24%	N.D.	7%	N.D.
16 50	32%	12%	N.D.	N.D.	N.D.
16 75	30%	6%	N.D.	N.D.	N.D.
16 F	31%	12%	N.D.	N.D.	N.D.
18 5	26%	11%	N.D.	N.D.	N.D.
18 25	37%	22%	N.D.	N.D.	N.D.
18 50	29%	16%	N.D.	N.D.	N.D.
18 75	18%	6%	N.D.	N.D.	N.D.
18 F	19%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

Amostra 4 -DTPA/HNO3

	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
12 5	5%	4%	N.D.	N.D.	N.D.
12 25	23%	10%	N.D.	N.D.	N.D.
12 50	36%	13%	N.D.	N.D.	N.D.
12 75	31%	13%	N.D.	N.D.	N.D.
12 F	19%	5%	N.D.	N.D.	N.D.
13 5	12%	11%	N.D.	N.D.	N.D.
13 25	3%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 50	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
13 75	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 5	18%	16%	N.D.	N.D.	N.D.
14 25	5%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 50	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 75	9%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
14 F	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
15 5	0%	3%	N.D.	N.D.	N.D.
15 25	47%	33%	N.D.	N.D.	N.D.
15 50	48%	38%	N.D.	N.D.	N.D.
15 75	46%	47%	N.D.	N.D.	N.D.
15 F	45%	41%	N.D.	N.D.	N.D.
16 5	29%	6%	6%	N.D.	N.D.
16 25	36%	32%	N.D.	N.D.	N.D.
16 50	49%	45%	N.D.	21%	N.D.
16 75	34%	44%	N.D.	21%	N.D.
16 F	48%	38%	N.D.	N.D.	N.D.
18 5	8%	9%	N.D.	N.D.	N.D.
18 25	46%	16%	N.D.	N.D.	N.D.
18 50	37%	9%	N.D.	N.D.	N.D.
18 75	14%	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
18 F	22%	8%	N.D.	N.D.	N.D.

N.D.- Não Disponível

XII – ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Comparação das médias de duas amostras: Metais Pseudo-Totais - 5 cm x 25 cm (P= 0,05)						
Coleta		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
0	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	12 25					
1	12 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	12 25					
2	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	12 25					
3	12 5	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	12 25					
4	12 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	12 25					
0	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	15 25					
1	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
	15 25					
2	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	15 25					
3	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	15 25					
4	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	15 25					
0	16 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	16 25					
1	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	16 25					
2	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	16 25					
3	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	16 25					
4	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	16 25					
0	18 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
	18 25					
1	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	18 25					
2	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	18 25					
3	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	18 25					
4	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	18 25					
		100% diferem	95% diferem	65% diferem	80% diferem	75% diferem

Comparação das médias de duas amostras: Metais Pseudo-Totais 5 cm Coletas após a incorporação de lodo X Coleta "0" (P=0,05)						
Coletas		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
"1" e "0"	12 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"2" e "0"	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"3" e "0"	12 5	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
"4" e "0"	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"1" e "0"	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
"2" e "0"	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"3" e "0"	15 5	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"4" e "0"	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"1" e "0"	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"2" e "0"	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"3" e "0"	16 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"4" e "0"	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"1" e "0"	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
"2" e "0"	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"3" e "0"	18 5	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
"4" e "0"	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
		94% diferem	88% diferem	75% diferem	88% diferem	88% diferem

Comparação das médias de duas amostras: Metais Pseudo-Totais - 5 cm Protótipos com incorporação de lodo X Protótipos testemunhas (P= 0,05)						
Coleta		Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
0	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
1	12 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
2	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
3	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
4	12 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
0	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	14 5					
1	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	14 5					
2	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	14 5					
3	15 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	14 5					
4	15 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	14 5					
0	16 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
1	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
2	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
3	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
4	16 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
0	18 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
1	18 5	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	13 5					
2	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
3	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
4	18 5	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
	13 5					
		100% diferem	100% diferem	65% diferem	90% diferem	60% diferem

Teste "T" de dados pareados: Metais Potencialmente Biodisponíveis

AMOSTRA 1 Zn				AMOSTRA 1 Cu			
12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 2 Zn				AMOSTRA 2 Cu			
12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 3 Zn				AMOSTRA 3 Cu			
12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 4 Zn				AMOSTRA 4 Cu			
12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	12	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	13	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	14	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	15	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	16	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA	18	HNO ₃ -HCI	HNO ₃ -DTPA	HCI - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	79% diferem	100% diferem *	92% não diferem		63% diferem	100% diferem *	83% não diferem

* Valores do HNO₃ muito superiores aos valores do DTPA, acarretando erro no Teste "T"

Teste "T" de dados pareados: Metais Potencialmente Biodisponíveis

AMOSTRA 1 Ni				AMOSTRA 1 Pb			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 2 Ni				AMOSTRA 2 Pb			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 3 Ni				AMOSTRA 3 Pb			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 4 Ni				AMOSTRA 4 Pb			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM		NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA	18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM		DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
	75% diferem	100% diferem *	100% não diferem		67% diferem	100% diferem *	67% não diferem

* Valores do HNO₃ muito superiores aos valores do DTPA, acarretando erro no Teste "T"

Teste "T": Metais Potencialmente Biodisponíveis

AMOSTRA 1 Cr			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 2 Cr			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 3 Cr			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
AMOSTRA 4 Cr			
12	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
13	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
14	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
15	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
16	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
18	HNO ₃ -HCl	HNO ₃ -DTPA	HCl - DTPA
	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
	100% diferem	100% diferem *	92% não diferem

* Valores do HNO₃ muito superiores aos valores do DTPA, acarretando erro no Teste "T"

Comparação das médias de duas amostras - HCl e DTPA - 5cm

Coleta			Zn	Cu	Ni	Pb	Cr
0	12 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
1	12 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
2	12 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
3	12 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
4	12 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
0	13 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	- *	NÃO DIFEREM	DIFEREM
1	13 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
2	13 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
3	13 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
4	13 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	NÃO DIFEREM
0	14 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	NÃO DIFEREM	DIFEREM
1	14 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
2	14 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
3	14 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	DIFEREM
4	14 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	-	DIFEREM	NÃO DIFEREM
0	15 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
1	15 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
2	15 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
3	15 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
4	15 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
0	16 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
1	16 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
2	16 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
3	16 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
4	16 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
0	18 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
1	18 5	HCl e DTPA	NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
2	18 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
3	18 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
4	18 5	HCl e DTPA	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
			63% diferem	83% diferem	60% diferem	80% diferem	87% diferem

* Valores não detectados

Teste "T" comparando os percentuais de biodisponibilidade dos metais			
Amostra 0 -HCl/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn > Cu	Zn > Pb	Cu > Pb	Pb = Cr
Amostra 0 -DTPA/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn = Cu	Zn > Pb	Cu > Pb	Pb = Cr
Amostra 1 -HCl/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
Zn = Cu	Zn = Pb	Cu = Pb	Pb > Cr
Amostra 1 -DTPA/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn > Cu	Zn > Pb	Cu > Pb	Pb = Cr
Amostra 2 -HCl/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
Zn > Cu	Zn > Pb	Cu = Pb	Pb > Cr
Amostra 2 -DTPA/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn > Cu	Zn > Pb	Cu = Pb	Pb = Cr
Amostra 3 -HCl/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
Zn = Cu	Zn = Pb	Cu = Pb	Pb > Cr
Amostra 3 -DTPA/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn > Cu	Zn > Pb	Cu > Pb	Pb = Cr
Amostra 4 -HCl/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM	DIFEREM
Zn = Cu	Zn = Pb	Cu = Pb	Pb > Cr
Amostra 4 -DTPA/HNO ₃			
Zn-Cu	Zn Pb	Cu Pb	Pb Cr
NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM
Zn = Cu	Zn > Pb	Cu > Pb	Pb = Cr

Sequência mais comum:

HCl: Zn=Cu=Pb>Cr

DTPA: Zn > Cu > Pb=Cr

Comparação da fração solúvel do fracionamento com a extração por HCl (Teste "T") Profundidade de 5 cm			
Zn	Cu	Cr	Pb
NÃO DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM	DIFEREM
Comparação da fração solúvel do fracionamento com a extração por DTPA (Teste "T") Profundidade de 5 cm			
Zn	Cu	Cr	Pb
NÃO DIFEREM	DIFEREM	NÃO DIFEREM	NÃO DIFEREM