

# SEÇÃO IX - POLUIÇÃO DO SOLO E QUALIDADE AMBIENTAL

## DISPONIBILIDADE DE METAIS PESADOS PARA MILHO CULTIVADO EM LATOSSOLO SUCESSIVAMENTE TRATADO COM LODOS DE ESGOTO<sup>(1)</sup>

Carlos Alberto Silva<sup>(2)</sup>, Otacílio José Passos Rangel<sup>(3)</sup>, José Flávio  
Dynia<sup>(4)</sup>, Wagner Bettiol<sup>(5)</sup> & Celso Vainer Manzatto<sup>(6)</sup>

### RESUMO

Apesar do potencial para o uso agrícola de lodos de esgoto, seus conteúdos de metais pesados podem se tornar um fator limitante a esse uso. Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito de diferentes fontes e doses de lodo de esgoto, oriundos das Estações de Tratamento de Esgoto de Barueri (LB), que trata esgoto doméstico e industrial, e de Franca (LF), que trata esgoto predominantemente doméstico, ambas localizadas no Estado de São Paulo, sobre os teores de metais pesados em solo e sobre a fitodisponibilidade desses elementos químicos para o milho. O experimento foi realizado entre os anos de 1999 e 2001, no Campo Experimental da Embrapa Meio Ambiente, em Jaguariúna (SP), em três cultivos sucessivos de milho, e estudados os seguintes tratamentos, para os dois lodos: testemunha absoluta; adubação mineral (NPK) recomendada para a cultura do milho; dose dos lodos de esgoto para fornecer uma, duas, quatro e oito vezes a dose de N do tratamento NPK. Foram determinados os teores totais (solo, folha e grão de milho) e disponíveis (solo) de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn. O uso de doses crescentes do LB aumentou os teores disponíveis dos metais avaliados em solo, quando se utilizou a solução de DTPA. Os incrementos nos teores totais de metais pesados foram maiores nas parcelas adubadas com o LB. As soluções de Mehlich-1 e DTPA mostraram-se eficientes em prever a fitodisponibilidade de Zn para o milho, quando as folhas e grãos foram analisados.

**Temas de indexação:** bio sólido, extrator químico, fitodisponibilidade, *Zea mays* L.

---

<sup>(1)</sup> Parte da Tese de Mestrado do segundo autor, apresentada ao Departamento de Ciência do Solo, Universidade Federal de Lavras – UFLA. Recebido para publicação em fevereiro de 2005 e aprovado em fevereiro de 2006.

<sup>(2)</sup> Professor do Departamento de Ciência do Solo, Universidade Federal de Lavras – UFLA. Caixa Postal 3037, CEP 37200-000 Lavras (MG). E-mail: csilva@ufla.br

<sup>(3)</sup> Doutorando do Departamento de Ciência do Solo, UFLA. E-mail: otaciliorangel@yahoo.com.br

<sup>(4)</sup> Pesquisador da Embrapa Meio Ambiente. Rodovia SP 340, Km 127,5. Caixa Postal 69, CEP 13820-000 Jaguariúna (SP). E-mail: dynia@cnpma.embrapa.br

<sup>(5)</sup> Pesquisador da Embrapa Meio Ambiente. Bolsista do CNPq. E-mail: bettiol@cnpma.embrapa.br

<sup>(6)</sup> Pesquisador da Embrapa Solos. Rua Jardim Botânico 1024, CEP 22460-000 Rio de Janeiro (RJ). E-mail: manzatto@cnps.embrapa.br

**SUMMARY: HEAVY METALS AVAILABILITY FOR CORN CULTIVATED IN A LATOSOL SUCCESSIVELY AMENDED WITH SEWAGE SLUDGES**

*This study carried out in order to evaluate the effect of sewage sludge (from Barueri: industrial and residential sewage, and Franca (SP) State: residential sewage) doses on soil heavy metal contents and their availability to corn. Three successive experiments were installed in a Latosol at the Experimental Field of Embrapa Environment, in Jaguariúna (SP), from 1999 to 2001. The treatments investigated consisted of: control (without sewage sludge); mineral fertilization (NPK) recommended for corn; and application of both sewage sludge sources to supply one, two, four and eight times the N dose applied in the NPK treatment. It was quantified the total (soil, leaf and grain) and available (DTPA and Mehlich-1) contents of Cu, Mn, Ni, Pb and Zn. Barueri sludge application increased the heavy metal contents extracted by DTPA solution. The total contents of heavy metals in soil are higher in plots fertilized with Barueri sewage sludge in relation to those quantified in areas treated with Franca sludge. When leaf and grain are analyzed, DTPA and Mehlich-1 solutions are effective in predicting the availability of Zn to corn plants.*

*Index terms: biosolid, heavy metal, chemical extractant, phytoavailability, Zea mays L.*

## INTRODUÇÃO

O lodo de esgoto é um resíduo oriundo do tratamento de esgotos, contém matéria orgânica e nutrientes, e, portanto, apresenta potencial de uso na adubação das lavouras. No entanto, dependendo da origem, o lodo de esgoto pode apresentar características que limitam a sua utilização na agricultura, com destaque para a presença de metais pesados, principalmente Cd, Pb, Zn, Cu, Cr e Ni (Logan & Chaney, 1983), e organismos patogênicos ao homem e aos animais (Soccol & Paulino, 2000). A aplicação contínua de lodo contaminado com metais pesados pode aumentar a concentração desses elementos no solo, com sérios riscos de sua entrada na cadeia alimentar.

A determinação dos teores totais de metais pesados por meio da digestão do solo com ácidos fortes pode avaliar o acúmulo de metais no solo ao longo dos anos, assim como possíveis contaminações. Entretanto, para prever a fitodisponibilidade e, ou, a mobilidade de metais pesados em solos, outros extratores devem ser testados (McBride, 1995). Os extratores mais empregados para avaliar os teores disponíveis de metais pesados às plantas em áreas que receberam resíduos que contêm metais, como o lodo de esgoto, são as soluções ácidas, como a de HCl 0,1 mol L<sup>-1</sup>, de Mehlich-1 e Mehlich-3, e o agente complexante DTPA (Anjos & Mattiazzi, 2001; Abreu et al., 2002).

A solução com DTPA é utilizada para extrair, predominantemente, as formas lábeis de metais pesados (Abreu et al., 2002), sendo adotada como método oficial dos laboratórios de análise de solo do

Estado de São Paulo. É usada para extrair teores disponíveis de Fe, Cu, Mn e Zn de solos, por apresentar boas correlações com os teores destes metais nos tecidos de diversas culturas agrícolas (Cantarella et al., 1997). Esse extrator tem sido usado, também, para determinar os teores disponíveis do Ni e Pb em solos (Abreu et al., 1995). O princípio de atuação do DTPA é fundamentado na capacidade de combinação dos agentes complexantes com o íon metálico na solução do solo e com a constante de estabilidade termodinâmica do metal complexado (Abreu et al., 2002). A constante de estabilidade dos complexos organometálicos em solo varia de um elemento para outro, de acordo com a seguinte seqüência: Pb > Cu > Ni > Zn > Mn (Kabata-Pendias & Pendias, 2001). De acordo com essa seqüência, é esperado que o DTPA extraia maiores teores de Pb e Cu em relação ao Zn e Mn, considerando o maior valor das constantes de estabilidade dos primeiros com os agentes complexantes do DTPA.

A quantidade de metais solubilizados do solo pelas soluções ácidas irá depender, dentre outros fatores, da concentração de ácido, do tempo de extração e da relação solo:solução (Abreu et al., 2002). Originalmente, o método Mehlich-1 foi empregado na extração de P, sendo o seu uso estendido para a avaliação de cátions trocáveis em solo. Por se tratar de solução diluída de ácidos fortes, o Mehlich-1 remove metais em formas trocáveis da fase sólida, da solução e parte dos complexados (Abreu et al., 2002), o que torna esse método relevante na avaliação da disponibilidade de metais pesados em solos (Korcak & Fanning, 1978).

Na seleção de métodos químicos para avaliar a fitodisponibilidade de metais pesados, devem ser consideradas a parte da planta a ser amostrada e a época de coleta da amostra. Para o milho, as melhores correlações entre o teor de Cu no solo, usando os extratores HCl, DTPA, EDTA pH 4,65, EDTA pH 8,6 e AB-DTPA, foram obtidas para as folhas (Roca & Pomares, 1991), não sendo verificada relação do teor de Cu-grão com o teor de Cu-solo extraído pelos extratores utilizados. Nesse estudo, nenhum dos extratores testados mostrou-se eficiente em antever os teores de metais nas folhas (exceto para o Cu); contudo, para os grãos, foram obtidas correlações significativas para o Cd extraído por HCl 0,1 mol L<sup>-1</sup> e para o Pb extraído por DTPA. Berton et al. (1997) observaram correlação positiva e significativa entre os teores de Zn e de Cu extraídas pelo DTPA com o acumulado na parte aérea do milho, em três solos do Estado de São Paulo que receberam adição de até 100 t ha<sup>-1</sup> (base seca) de lodo de esgoto, enquanto, para o Ni, essa mesma correlação não foi significativa.

Mulchi et al. (1991), ao avaliarem os teores de metais pesados em solos de classes texturais distintas, verificaram efeito significativo de aplicações de doses crescentes de quatro tipos de lodo de esgoto nos teores de Zn, Cu, Fe, Pb, Ni e Cd extraídos pelas soluções de Mehlich-1, de Mehlich-3 e DTPA. Os teores totais de Zn, Cu, Ni e Cd em folhas de fumo correlacionaram-se, nesse estudo, com os teores no solo extraídos pelas três soluções extratoras, enquanto os teores de Mn correlacionaram-se apenas com o extrator Mehlich-1, e os teores de Fe e Pb não se correlacionaram com nenhum dos extratores testados.

Em geral, a escolha de extratores químicos para avaliar a disponibilidade de metais em solo é complexa, uma vez que se pressupõe, para o extrator de maior eficiência, o caráter multielementar e, ao mesmo tempo, uma elevada capacidade de diagnosticar a fitodisponibilidade desses elementos para várias espécies vegetais em diferentes tipos de solos (Mulchi et al., 1991; Roca & Pomares, 1991; Oliveira et al., 2002). Entretanto, em solos tratados com lodo de esgoto, a ocorrência de maiores concentrações de metais pesados, bem como a presença destes associados a diferentes matrizes no solo (minerais e orgânicas), pode dificultar a escolha de um extrator universal para diferentes situações de manejo do solo e para todos os metais pesados (Abreu et al., 2002).

Este estudo teve como objetivos avaliar os efeitos da aplicação de doses crescentes dos lodos de esgoto das Estações de Tratamento de Esgoto de Barueri e Franca (SP) sobre os teores totais, em solo e planta, de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn, bem como comparar soluções extratoras (Mehlich-1 e DTPA) para avaliação da fitodisponibilidade desses metais pesados para plantas de milho.

## MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado no Campo Experimental da Embrapa Meio Ambiente, localizado em Jaguariúna (SP), em Latossolo Vermelho distroférico textura argilosa. As características físicas e químicas do solo (0–0,2 m) estudado foram analisadas de acordo com os protocolos analíticos descritos em Silva (1999), sendo o teor de matéria orgânica = 25,5 g kg<sup>-1</sup>; argila = 450 g kg<sup>-1</sup>; pH em água = 5,8; Ca<sup>2+</sup> = 27,5 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; Mg<sup>2+</sup> = 8,5 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; P (Mehlich-1) = 3,5 mg kg<sup>-1</sup>; K<sup>+</sup> = 1,51 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; Al<sup>3+</sup> = 1 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; H + Al = 35 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; CTC a pH 7,0 = 73,5 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> e saturação por bases (V) = 51 %.

Foram utilizados no estudo dois tipos de lodo de esgoto, um oriundo da Estação de Tratamento de Esgoto de Barueri-ETE, SP (Lodo de Barueri - LB), que trata esgoto doméstico e industrial, e outro oriundo da ETE de Franca, SP (Lodo de Franca - LF), que trata esgoto essencialmente doméstico.

Antes da aplicação no campo, foi coletada uma amostra representativa de cada partida dos lodos de esgoto utilizados nos diferentes cultivos do milho, para avaliação de suas composições químicas. Os teores dos elementos P, K, Ca, Mg, Na, S, Mo, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Al, Cd, Pb, Ag, As e B foram avaliados pelo método EPA 3051 (Abreu et al., 2001), com a determinação feita por espectrofotometria de emissão atômica com indução de plasma (ICP-AES). Os teores de sólidos voláteis foram determinados, pesando-se 2,5 g de amostras secas (65 °C) dos lodos de esgoto levadas à mufla a 500 °C por 4 h (Apha et al., 1992). O N total foi quantificado em amostras dos lodos secas a 65 °C e submetidas à digestão sulfúrica, sendo o N submetido a processo de destilação a vapor e quantificado por titulometria com HCl 0,01 mol L<sup>-1</sup> (Bremner et al., 1996). O C orgânico foi determinado pelo método da titulação após oxidação via úmida (Nelson & Sommers, 1982) (Quadro 1).

Foram realizados três cultivos de milho nos anos agrícolas de 1999/2000 e 2000/2001. O primeiro cultivo foi instalado no campo, em 05/04/99; o segundo cultivo, em 13/12/99, e o terceiro cultivo, em 30/10/2000. A calagem foi realizada um mês antes do primeiro e do terceiro cultivo de milho, sendo a quantidade de calcário calculada para cada parcela experimental separadamente, de forma a manter o pH (em água) entre 5,5 e 5,7. Os lodos foram distribuídos em área total das parcelas experimentais e incorporados ao solo a uma profundidade de 0,2 m com auxílio de enxada rotativa. O delineamento experimental adotado foi o de blocos ao acaso com três repetições, com a parcela experimental medindo 10 x 20 m, com 12 linhas por parcela. As parcelas foram separadas com bordadura com pelo menos 5 m de largura e plantadas com braquiária, que era periodicamente roçada.

**Quadro 1. Características dos lodos de esgoto de Barueri (LB) e Franca (LF) utilizados nos três cultivos de milho**

Atributo <sup>(1)</sup>	1° Cultivo		2° Cultivo		3° Cultivo	
	LB	LF	LB	LF	LB	LF
pH (água)	6,6	6,3	6,4	6,4	6,4	5,4
Teor de água (%) <sup>(2)</sup>	66,4	83	80,2	82,4	71,2	82,7
Sólidos voláteis (%)	43	60,5	nd	nd	56,8	72,5
C orgânico (g kg <sup>-1</sup> )	248,2	305,1	271	374	292,9	382,4
N total (g kg <sup>-1</sup> ) <sup>(2)</sup>	21,0	64,0	49,7	67,5	42,1	68,2
P (g kg <sup>-1</sup> )	15,9	16,0	31,2	21,3	26,9	12,9
K (g kg <sup>-1</sup> )	1,0	1,0	1,9	0,9	1,0	1,0
Ca (g kg <sup>-1</sup> )	40,3	29,2	22,8	16,8	47,8	24,8
Mg (g kg <sup>-1</sup> )	3,0	2,2	3,7	2,5	4,5	2,2
Na (g kg <sup>-1</sup> )	0,5	0,5	0,6	0,6	0,5	0,9
S (mg kg <sup>-1</sup> )	13,4	16,3	10,8	13,3	17,1	15,7
Mo (mg kg <sup>-1</sup> )	< 0,01	< 0,01	< 1,0	< 1,0	< 0,01	< 0,01
Cr total (mg kg <sup>-1</sup> )	823,8	633,8	1.071,0	1.325,0	1.297,2	1.230,3
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	429,5	349,3	335,0	267,0	418,9	232,5
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	54.181	33.793	32.500	31.700	37.990	24.176
Co (mg kg <sup>-1</sup> )	12,2	5,0	10,5	4,9	9,3	4,8
Ni (mg kg <sup>-1</sup> )	518,4	54,7	483,0	74,0	605,8	72,4
Cu (mg kg <sup>-1</sup> )	1.058	239,8	1.046	359,0	953,0	240,9
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	2.821	1.230	3.335	1.590	3.372	1.198
Al (mg kg <sup>-1</sup> )	28.781	32.564	25.300	33.500	23.283	23.317
Cd (mg kg <sup>-1</sup> )	12,8	3,32	9,5	2,0	9,4	2,05
Pb (mg kg <sup>-1</sup> )	364,4	199,6	233,0	118,0	348,9	140,5
Ag (mg kg <sup>-1</sup> )	< 0,01	< 0,01	< 1	< 1	< 0,01	< 0,01
As (mg kg <sup>-1</sup> )	< 1,0	< 1,0	< 1,0	< 1,0	< 1,0	< 1,0
B (mg kg <sup>-1</sup> )	36,2	40,7	11,2	7,1	29,3	19,7

<sup>(1)</sup> Valores dados em base de matéria seca. nd – não determinado. Determinado de acordo com EPA SW-846-3051 (1986), no IAC (Campinas, SP). <sup>(2)</sup> Valores de N total e umidade foram determinados em amostras sob condições originais na Embrapa Meio Ambiente.

Os tratamentos consistiram da aplicação de quatro doses dos dois lodos de esgoto, além de uma testemunha absoluta (sem adição de lodo de esgoto) e um tratamento com adubação mineral. Os tratamentos avaliados foram: T) testemunha; F) adubação mineral (NPK) recomendada para a cultura do milho, efetuada com base nos resultados de análise de solo e considerando uma produtividade esperada de 8 t ha<sup>-1</sup> (Raij et al., 1997); 1N) aplicação dos lodos de esgoto, visando suprir a mesma quantidade de N do tratamento NPK (LF1N e LB1N); 2N) duas vezes as doses dos lodos do tratamento 1N (LB2N e LF2N); 4N) quatro vezes as doses dos lodos do tratamento 1N (LB4N e LF4N); e 8N) oito vezes as doses dos lodos do tratamento 1N (LB8N e LF8N). As doses dos lodos aplicadas, em base seca, foram calculadas tendo como referencial o quociente entre o teor de N disponível nos lodos, considerando uma taxa de mineralização de 30 % para lodos digeridos aerobiamente, conforme descrito em CETESB (1999), e a necessidade de N do milho, seguindo as recomendações da Norma P 4230 da CETESB (CETESB, 1999). No tratamento

NPK, utilizaram-se a fórmula 04-20-16 e a uréia na adubação em cobertura. Nos tratamentos em que o lodo de esgoto foi aplicado, fez-se uma suplementação com KCl para fornecer a quantidade de K necessária ao milho no plantio (Quadro 2).

Os cultivares de milho utilizados no estudo foram: 1° cultivo – CATI AL 30; 2° cultivo - híbrido AG 1043; e 3° cultivo - híbrido SAVANA 133S. A semeadura do milho foi feita uma semana após a aplicação dos tratamentos. No primeiro cultivo (milho safrinha), não houve suplementação de água via irrigação. Os restos culturais foram retirados da área experimental após o término de cada ciclo de cultivo.

No início de cada ciclo de cultivo, foram coletadas amostras compostas de terra, na camada de 0–0,2 m, nas entrelinhas das duas linhas centrais de cada parcela, com a finalidade de avaliar os teores disponíveis de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn. O solo foi seco a 65 °C, em estufa de circulação forçada de ar (24 h) e, depois, moído e passado em peneira de 2 mm. Para a extração dos teores disponíveis de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn, foram utilizados os extratores Mehlich-1

**Quadro 2. Quantidades de lodo de esgoto, NPK, N em cobertura e K<sub>2</sub>O aplicadas nos três cultivos de milho**

Tratamento <sup>(1)</sup>	Lodo de esgoto			NPK (04-20-16) + N cobertura			K <sub>2</sub> O		
	1º cultivo	2º cultivo	3º cultivo	1º cultivo	2º cultivo	3º cultivo	1º cultivo	2º cultivo	3º cultivo
	— kg ha <sup>-1</sup> – base seca —			kg ha <sup>-1</sup>					
T	0	0	0	0	0	0	0	0	0
F	0	0	0	400 + 77 <sup>(2)</sup>	450 + 160	450 + 182	0	0	0
Lodo de Franca (LF)									
LF1N	3.014	3.504	3.766	0	0	0	47	55	95
LF2N	6.028	7.008	7.532	0	0	0	41	49	75
LF4N	12.056	14.016	15.064	0	0	0	28	39	30
LF8N	24.112	26.032	30.128	0	0	0	0	18	0
Lodo de Barueri (LB)									
LB1N	8.095	3.995	5.315	0	0	0	55	47	65
LB2N	16.190	7.990	10.630	0	0	0	0	32	15
LB4N	32.380	15.980	21.260	0	0	0	0	6	0
LB8N	64.760	31.960	42.520	0	0	0	0	0	0

<sup>(1)</sup> T = testemunha absoluta; F = fertilização mineral (NPK); 1 LF e 1 LB = doses dos lodos de esgoto para fornecer a mesma quantidade de N do tratamento F; 2 LF e 2 LB = dois; 4 LF e 4 LB = quatro e 8 LF e 8 LB = oito vezes a dose dos lodos de esgoto descrita no tratamento 1 LF e 1 LB. <sup>(2)</sup> Quantidade de NPK aplicada no plantio + adubação nitrogenada em cobertura.

(Mehlich, 1953), adotando a relação 1:5 (solo:extrator), e de DTPA (Lindsay & Norvell, 1978), a relação 1:2. Os teores totais de metais pesados no solo foram medidos em amostras de terra coletadas como descrito para a determinação dos seus teores disponíveis, uma semana após a aplicação dos lodos e adubos ao solo, por meio de extração com água régia, utilizando-se a mistura dos ácidos HCl + HNO<sub>3</sub> concentrados, v/v: 1:3, de acordo com os procedimentos recomendados pela *International Organization for Standardisation-ISO* (1995).

As folhas para as análises químicas foram amostradas quando 50 % das plantas de milho apresentavam pendoamento, aproximadamente dois meses após a semeadura, coletando-se o terço médio da folha oposta e abaixo da espiga (folha diagnose-FD) na área útil de cada parcela experimental (duas linhas centrais). Este material foi encaminhado para o laboratório, e foi lavado, seqüencialmente, com água destilada, solução 0,1 mol L<sup>-1</sup> de HCl e água deionizada. Após a lavagem, colocaram-se as folhas para secar em estufa com circulação forçada de ar a 65 °C. A amostragem de grãos foi feita no final do ciclo de cultivo com as plantas apresentando coloração amarelo-palha (teor de água nos grãos próximo a 16 %), sendo coletadas trinta espigas de milho na área útil de cada parcela experimental para formar a amostra composta para as análises laboratoriais. As espigas foram secas em estufa de

circulação forçada de ar a 65 °C, debulhadas e os grãos moídos. Nas amostras de folhas e grãos, os teores totais dos metais Cu, Mn, Ni, Pb e Zn foram determinados em extratos obtidos por digestão nítrico-perclórica (Tedesco et al., 1995), com recuperação do extrato, com água destilada, em volume final de 20 mL. Para todas as extrações supracitadas, os teores dos metais Cu, Mn, Ni, Pb e Zn foram determinados por espectrofotometria de emissão atômica com indução de plasma (ICP-AES).

As análises de regressão dos teores totais e disponíveis de metais pesados em solo, como variáveis dependentes das doses dos lodos de esgoto aplicadas, foram realizadas, utilizando-se o aplicativo computacional SISVAR (Ferreira, 2000). Para os elementos nos quais a aplicação de lodo de esgoto mostrou efeito significativo, nos diferentes cultivos, foram apresentadas as médias e as equações de regressão. Onde não houve efeito significativo da aplicação dos lodos, foram apresentadas as médias com os respectivos desvios-padrão. A eficiência dos extratores químicos em prever a fitodisponibilidade de metais pesados às plantas foi avaliada por meio de estudo de correlação linear entre os teores obtidos em solo pelos extratores DTPA e Mehlich-1 com aqueles determinados em folhas e grãos de milho. A significância dos valores dos coeficientes de correlação foi obtida pelo teste t (p ≤ 0,05).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Teores disponíveis e totais de metais pesados em solo

O aumento nas doses dos lodos de Barueri (LB) e Franca (LF) proporcionou incrementos significativos nos teores disponíveis de Cu, nos três ciclos de cultivo do milho, quando foi empregada a solução de DTPA (Figura 1) e Mehlich-1 (Figura 2), porém tais incrementos ocorreram de forma mais acentuada para os tratamentos referentes ao LB.

No 1° e 2° cultivo, os teores de Mn extraídos pela solução de DTPA aumentaram com a aplicação das duas fontes de lodo, não sendo notado esse efeito no 3° cultivo (Figura 1). Quando se utilizou a solução de Mehlich-1, os teores de Mn extraídos do solo apenas apresentaram resposta crescente e significativa à adição do LB no 1° cultivo (Figura 2). Os teores de Mn extraídos pelo extrator ácido foram maiores do que os extraídos com o DTPA, concordando com os resultados obtidos por Anjos & Mattiazzo (2001) em solo cultivado com milho e tratado com lodo de esgoto. Abreu et al. (1994),

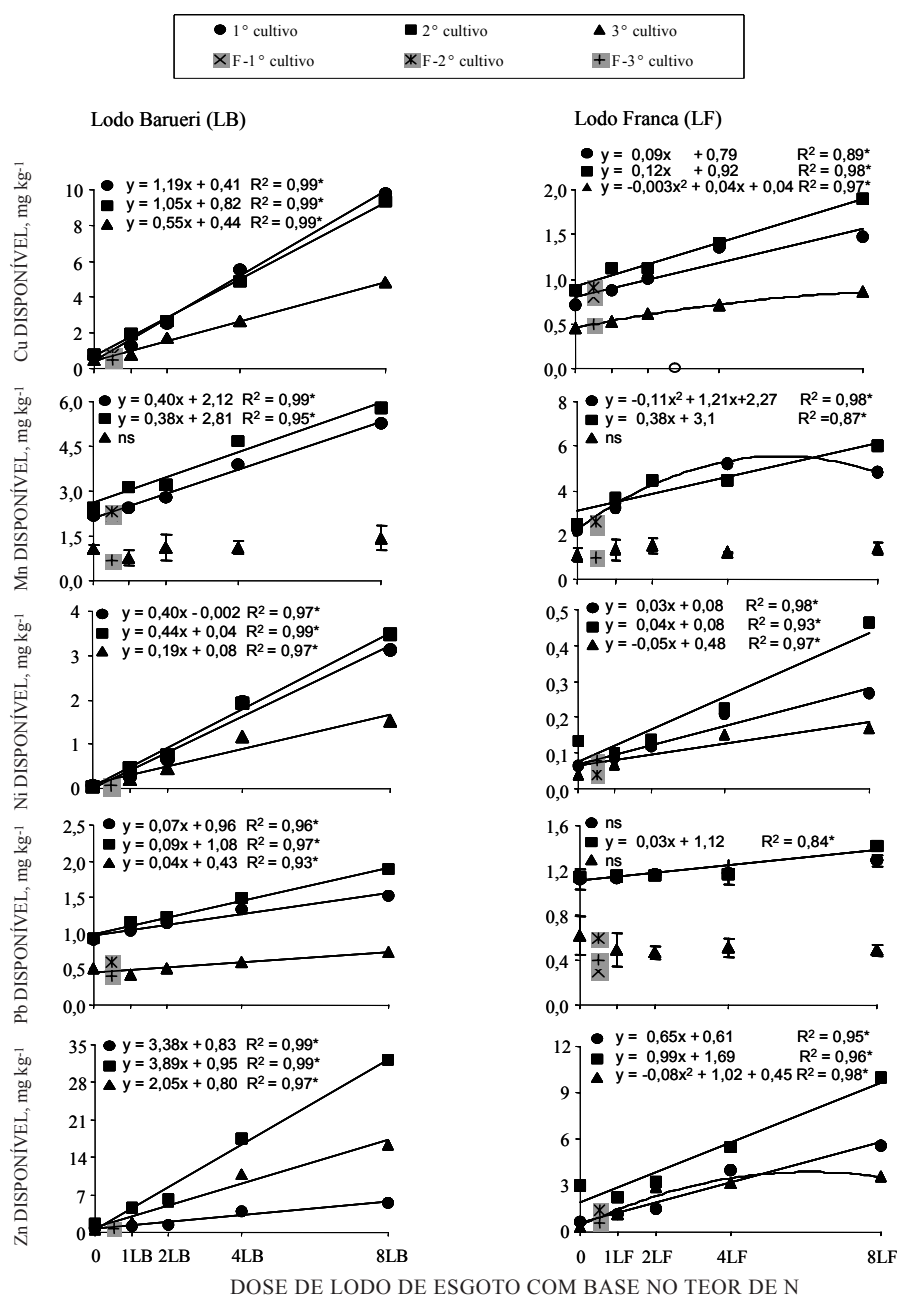


Figura 1. Teores disponíveis pela solução de DTPA de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em Latossolo sucessivamente tratado com lodos de esgoto e cultivado com milho (\* Modelo ajustado significativo a  $p \leq 0,05$  pelo teste F; ns = não- significativo; F = adubação mineral com NPK recomendada para a cultura do milho).

estudando a eficiência de diferentes extratores em solo com pH 5,5, observaram uma menor extração de Mn pelo DTPA, em relação aos extratores ácidos. De acordo com os autores, tal efeito pode ser creditado ao maior valor de pH do extrato obtido pelo DTPA (pH 7,3), o qual pode resultar em precipitação do Mn, diminuindo, dessa forma, os teores extraídos do solo.

Os teores disponíveis de Ni, obtidos pelos dois métodos de extração avaliados, apresentaram resposta linear à aplicação das duas fontes de lodo nos três cultivos de milho. Verificou-se que a resposta

dos teores disponíveis de Ni pelos dois extratores foi similar; contudo, os maiores incrementos foram observados nos tratamentos em que o LB foi aplicado, sendo esse resultado possivelmente explicado pelo fato de tal fonte de lodo apresentar cerca de oito vezes mais Ni que o LF (Figuras 1 e 2).

Na determinação dos teores disponíveis de Pb, verificou-se a ausência de efeito significativo da aplicação das duas fontes de lodo nos teores desse elemento extraído pela solução Mehlich-1. Para a solução de DTPA, aumentos nos teores de Pb extraído no solo adubado com o LB foram verificados

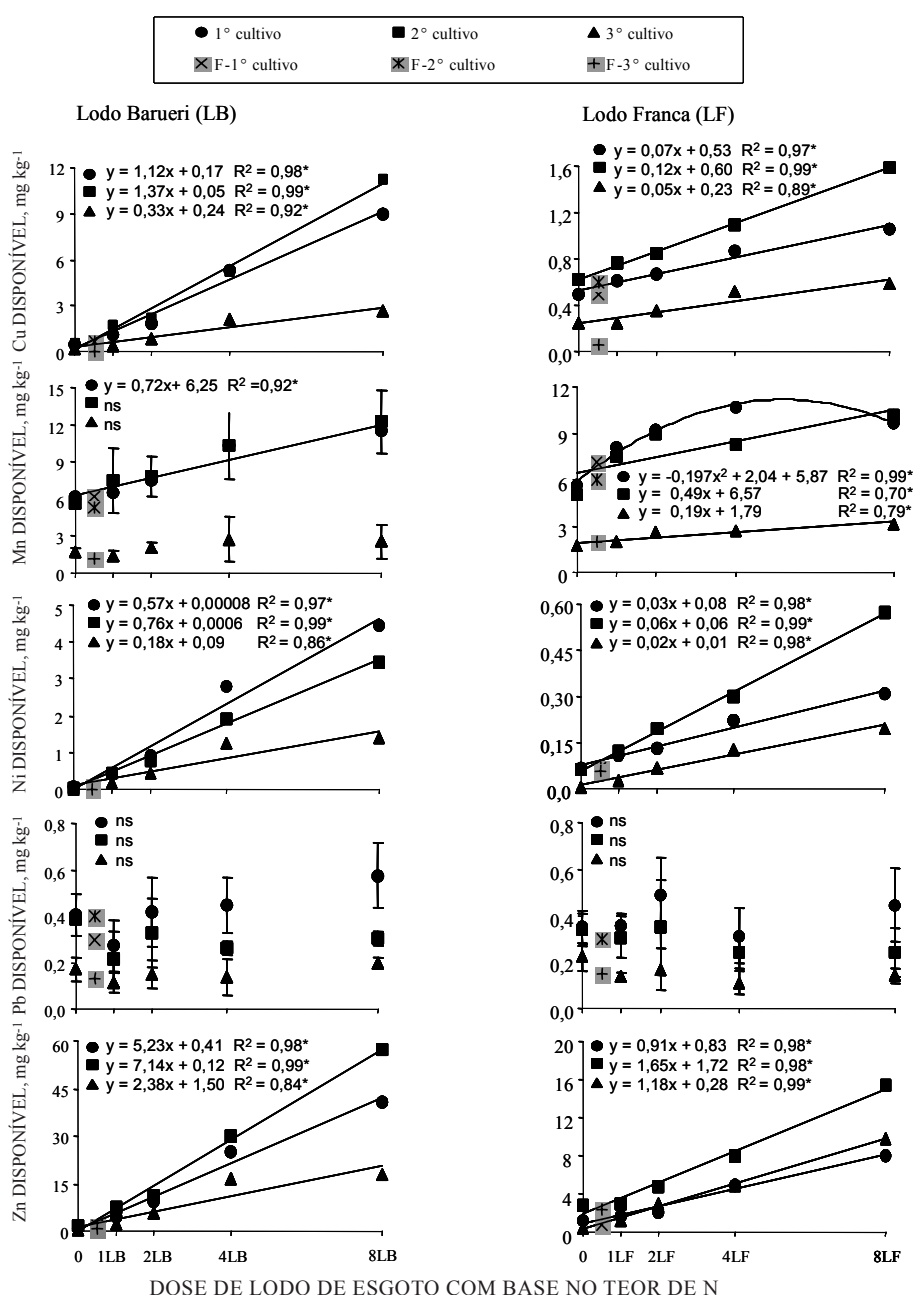


Figura 2. Teores disponíveis pela solução de Mehlich-1 de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em Latosolo sucessivamente tratado com lodos de esgoto e cultivado com milho (\* Modelo ajustado significativo a  $p \leq 0,05$  pelo teste F; ns = não-significativo; F = adubação mineral com NPK recomendada para a cultura do milho).

em todos os cultivos de milho. Segundo Kabata-Pendias & Pendias (2001), o Pb é o metal que apresenta, no solo, a maior afinidade por compostos orgânicos. O DTPA, por atuar como agente complexante, pode competir pelo Pb com os compostos orgânicos do solo, extraindo, em razão desse comportamento, maiores teores desse elemento do solo, em relação à solução ácida de Mehlich-1. O uso das soluções de Mehlich-1 e de DTPA permitiu a extração de quantidades crescentes de Zn do solo em todos os cultivos de milho e para as duas fontes de lodo. Os maiores teores de Zn extraídos pela solução de Mehlich-1 ocorreram nos tratamentos correspondentes às maiores doses de lodo (4N e 8N). Segundo Galvão (1996), essa maior capacidade de extração da solução de Mehlich-1 ocorre pela sua elevada acidez, que proporciona maior solubilização de formas de Zn não complexadas pelo DTPA.

Em estudo realizado em 31 solos não contaminados do Estado de São Paulo, Abreu et al. (1995) verificaram que os teores disponíveis de Ni variaram de 0,09–0,9 a 0,13–0,62 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente, para os extratores DTPA e Mehlich-1. Os teores de Pb extraídos pelos mesmos extratores variaram de 0,6–5,9 mg kg<sup>-1</sup> (DTPA) a 1,1–2,6 mg kg<sup>-1</sup> (Mehlich-1). Em 26 solos do Estado do Rio de Janeiro, Bataglia & Raij (1989) observaram que os teores disponíveis de Cu, Mn e Zn variaram de 0,2–12,5 a 0,2–14,1; 1–144 a 2–90; 0,4–4,4 a 0,5–7,1 mg kg<sup>-1</sup> para os extratores DTPA e Mehlich-1, respectivamente. Quando comparados com os dados obtidos por Bataglia & Raij (1989) e Abreu et al. (1995), os teores disponíveis, pelas duas soluções extratoras, de Cu, Mn e Pb das parcelas adubadas com o LF e o LB, após a terceira aplicação dos lodos, mostraram-se dentro da faixa de normalmente encontrada em solos cultivados.

Os teores disponíveis de Ni, quando a fonte aplicada foi o LB, ficaram, entretanto, acima dos valores observados por Abreu et al. (1995), principalmente nas maiores doses de lodo, correspondentes aos tratamentos 4N e 8N, nos três cultivos de milho, independentemente do extrator utilizado. Os teores de Zn, dentre os metais analisados, foram maiores do que os valores observados no estudo de Bataglia & Raij (1989), para ambas as soluções extratoras e fontes de lodo aplicadas, em todos os cultivos realizados. Essa resposta dos teores de Zn em solo foi observada principalmente nas doses aplicadas de lodo correspondentes aos tratamentos 4N e 8N, ou seja, nos tratamentos em que as doses dos lodos de esgoto foram calculadas para suprir de quatro a oito vezes a necessidade de N do milho. Essas doses podem ser alcançadas com aplicações sucessivas dos lodos, mesmo nas doses tecnicamente recomendadas, havendo necessidade de maior controle na contabilidade das cargas de lodo de esgoto por área, no sentido de evitar a contaminação do solo com metais pesados.

Observou-se tendência de diminuição dos teores disponíveis dos metais pesados no último cultivo de milho, sendo, em geral, os maiores teores observados no 2º cultivo (Figuras 1 e 2). Em solos tropicais, a principal explicação para a diminuição dos teores disponíveis dos metais no solo, com a sucessão dos cultivos, está na redução da solubilidade dos mesmos, pela passagem de formas químicas solúveis para frações mais estáveis e de menor solubilidade, podendo ocorrer a formação de complexos de elevada estabilidade com a matéria orgânica do solo (formação de complexos por meio da ligação dos metais aos grupos carboxílicos e OH-fenólicos), com os óxidos de Fe e Al (preferencialmente por adsorção específica, com a formação de ligações de coordenação dos metais com O e OH na superfície dos óxidos), além da passagem das formas trocáveis dos metais para a fração residual, não passíveis de extração pelos métodos estudados (McBride, 1989; Amaral Sobrinho et al., 1997).

A análise dos dados também revela que, apesar das diferenças verificadas nos teores disponíveis pelos dois métodos analisados, as tendências das curvas foram muito similares para Cu, Mn, Ni, e Zn, evidenciando que as soluções de DTPA e de Mehlich-1 apresentavam comportamento parecido em relação à capacidade de extração de metais com a seqüência dos cultivos, para as duas fontes e doses de lodo aplicadas.

Em geral, os teores totais de Cu, Ni e Zn foram diretamente proporcionais às doses de lodo de esgoto aplicadas, sendo esse acréscimo maior nas parcelas adubadas com o LB, em relação àquelas adubadas com o LF (Figura 3). Os teores totais de Mn e Pb em solo sofreram pouca alteração com a aplicação das duas fontes de lodo de esgoto. A Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental (CETESB, 2001) estabelece como limites máximos de metais pesados em solos agrícolas os seguintes valores: Cu, 100 mg kg<sup>-1</sup>; Ni, 50 mg kg<sup>-1</sup>; Pb, 200 mg kg<sup>-1</sup>; e Zn, 500 mg kg<sup>-1</sup>. Segundo Kabata Pendias & Pendias (2001), a faixa ou valores críticos de metais pesados em solo são: Cu, 60–125 mg kg<sup>-1</sup>; Mn, 1.500 mg kg<sup>-1</sup>; Ni, 100 mg kg<sup>-1</sup>; Pb, 100–400 mg kg<sup>-1</sup>; e Zn, 70–400 mg kg<sup>-1</sup>. No entanto, os valores de referência para metais pesados em lodos e solos agrícolas permitidos pela CETESB estão em discussão no Grupo de Trabalho (GT) do lodo, MMA/CONAMA, e, provavelmente, teores bem menores serão adotados em breve.

Considerando a capacidade de extração da água régia a 60–100 % (Keller & Védy, 1994) dos teores totais dos metais pesados no solo, a comparação dos valores críticos com os dados obtidos (Figura 3) revela que os aumentos nos teores totais dos metais pesados avaliados não atingiram, até o momento, os limites máximos permitidos em solo, para as duas fontes de lodo e doses aplicadas. Entretanto, precisa ser considerada a tendência de aumento nos teores totais de todos os metais pesados, com exceção



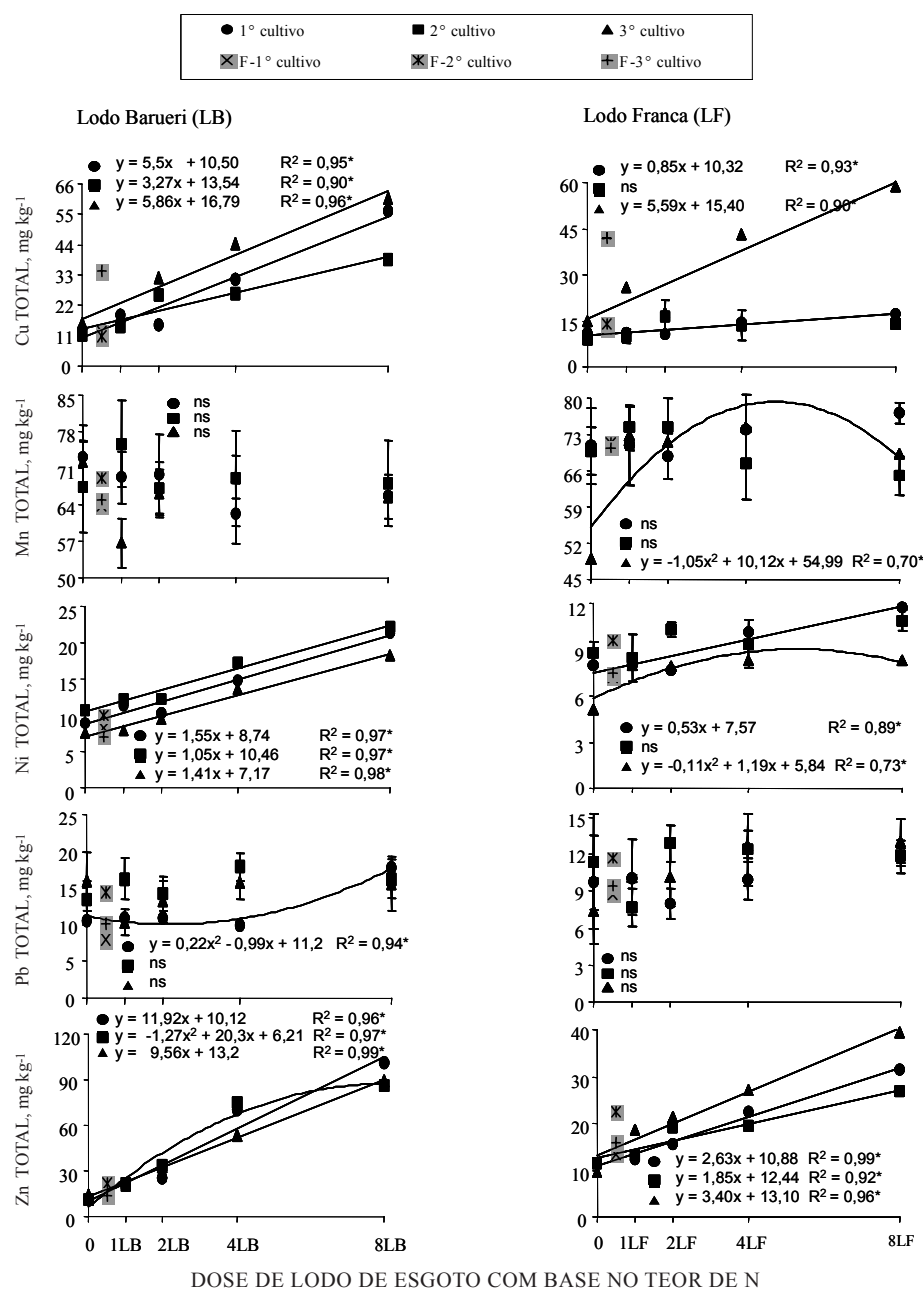


Figura 3. Teores totais de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em Latossolo sucessivamente tratado com lodos de esgoto e cultivado com milho. (\* Modelo ajustado significativo a  $p \leq 0,05$  pelo teste F; ns = não-significativo; F = adubação mineral com NPK recomendada para a cultura do milho).

do Ni, com a seqüência dos cultivos, o que deixa claro a necessidade de continuação dos estudos em campo para avaliar a dinâmica dos teores totais desses elementos.

Considerando os teores críticos estabelecidos por Kabata Pendias & Pendias (2001), verifica-se que os teores totais de Zn estão na faixa crítica nas parcelas tratadas com as maiores doses do LB. Esses resultados evidenciam a necessidade de monitoramento da aplicação de lodo de esgoto na agricultura, a manutenção de um rigor nos limites

de metais pesados no lodo, com vistas não só em reduzir os riscos de contaminação do solo com esses elementos, mas também em utilizar um método de abertura das amostras e extração dos metais pesados que permita a extração de maior percentual dos teores totais dos metais adicionados ao solo via lodo de esgoto.

### Fitodisponibilidade de metais pesados

Os coeficientes de correlação de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em grãos, no 1º cultivo, nas parcelas adubadas

com LF e LB, não são apresentados em razão de os teores desses metais extraídos pelo método utilizado (digestão nítrico-perclórica) estarem abaixo dos limites de detecção do espectrômetro de emissão atômica com plasma induzido. Do mesmo modo, isso ocorreu para os teores de Pb em grãos de milho, no 2º cultivo, e para o Ni, no 3º cultivo, quando se utilizou o LF (Quadro 3).

Para o Cu, foram obtidas correlações significativas quando foram considerados os teores nas amostras de folha. Quando esse nutriente foi extraído do solo pela solução DTPA, as correlações foram positivas apenas no 3º cultivo. Os melhores resultados foram observados nas parcelas onde o LB foi aplicado, graças à maior concentração de Cu e às maiores doses aplicadas dessa fonte de lodo. Em geral, os coeficientes de correlação entre Cu-solo e Cu-folha

foram similares, ou seja, os dois extratores testados apresentaram alta capacidade em prever os teores de Cu disponíveis para o milho, quando a fonte de lodo foi a de Barueri.

No 2º e 3º cultivo de milho, foram verificadas correlações significativas entre os teores de Mn na folha de milho com Mn-solo avaliado pela solução de Mehlich-1, nas parcelas adubadas com o LF, o que concorda com os resultados obtidos por Defelipo et al. (1991), ao avaliarem os efeitos da aplicação de lodo de esgoto em Latossolo e observarem correlação significativa entre o teor de Mn extraído pelo Mehlich-1 com os teores desse nutriente na parte aérea de sorgo. Para as amostras de grãos, foram observadas correlações positivas e significativas com os extratores DTPA e Mehlich-1, em diferentes cultivos, nas duas fontes de lodo de esgoto.

**Quadro 3. Coeficientes de correlação entre os teores de metais pesados nas folhas e em grãos de milho e os teores disponíveis no solo, extraídos por Mehlich-1 e DTPA**

Metal pesado	Mehlich-1			DTPA		
	1º cultivo	2º cultivo	3º cultivo	1º cultivo	2º cultivo	3º cultivo
Folhas						
Lodo Franca						
Cu	-0,69 <sup>ns</sup>	0,36 <sup>ns</sup>	0,78 <sup>ns</sup>	-0,77 <sup>ns</sup>	0,31 <sup>ns</sup>	0,83*
Mn	0,68 <sup>ns</sup>	0,82*	0,96*	0,75 <sup>ns</sup>	0,93*	0,64 <sup>ns</sup>
Ni	-0,43 <sup>ns</sup>	0,62 <sup>ns</sup>	-0,68 <sup>ns</sup>	-0,40 <sup>ns</sup>	0,71 <sup>ns</sup>	-0,78 <sup>ns</sup>
Pb	-0,70 <sup>ns</sup>	0,41 <sup>ns</sup>	-0,88*	-0,14 <sup>ns</sup>	0,22 <sup>ns</sup>	-0,91*
Zn	0,94*	1,00*	0,96*	0,96*	0,99*	0,79 <sup>ns</sup>
Lodo Barueri						
Cu	0,98*	0,50 <sup>ns</sup>	0,87*	0,98*	0,53 <sup>ns</sup>	0,82*
Mn	-0,40 <sup>ns</sup>	-0,33 <sup>ns</sup>	0,73 <sup>ns</sup>	0,56 <sup>ns</sup>	0,18 <sup>ns</sup>	-0,34 <sup>ns</sup>
Ni	0,74 <sup>ns</sup>	0,34 <sup>ns</sup>	0,16 <sup>ns</sup>	0,73 <sup>ns</sup>	0,34 <sup>ns</sup>	0,64 <sup>ns</sup>
Pb	0,07 <sup>ns</sup>	0,74 <sup>ns</sup>	-0,43 <sup>ns</sup>	-0,21 <sup>ns</sup>	-0,59 <sup>ns</sup>	-0,06 <sup>ns</sup>
Zn	0,93*	0,98*	0,14 <sup>ns</sup>	0,95*	0,98*	-0,07 <sup>ns</sup>
Grãos						
Lodo Franca						
Cu	nd	-0,55 <sup>ns</sup>	0,08 <sup>ns</sup>	nd	0,65 <sup>ns</sup>	0,19 <sup>ns</sup>
Mn	nd	0,94*	0,68 <sup>ns</sup>	nd	0,90*	0,70 <sup>ns</sup>
Ni	nd	0,70 <sup>ns</sup>	nd	nd	0,54 <sup>ns</sup>	nd
Pb	nd	nd	0,91*	nd	nd	0,77 <sup>ns</sup>
Zn	nd	0,90*	0,29 <sup>ns</sup>	nd	0,84*	0,89*
Lodo Barueri						
Cu	nd	0,34 <sup>ns</sup>	-0,37 <sup>ns</sup>	nd	0,35 <sup>ns</sup>	-0,32 <sup>ns</sup>
Mn	nd	0,70 <sup>ns</sup>	0,77 <sup>ns</sup>	nd	0,65 <sup>ns</sup>	0,92*
Ni	nd	0,93*	0,33 <sup>ns</sup>	nd	0,93*	0,88*
Pb	nd	0,02 <sup>ns</sup>	0,50 <sup>ns</sup>	nd	0,83*	0,55 <sup>ns</sup>
Zn	nd	0,93*	0,73 <sup>ns</sup>	nd	0,93*	0,82*

\* = significativo; ns = não significativo. Teste t (  $p \leq 0,05$ ).

O teor total de Ni nas folhas de milho não constituiu um bom índice para avaliação da fitodisponibilidade desse nutriente pelas duas soluções extratoras usadas no estudo. Por outro lado, quando foram consideradas as amostras de grãos, nos dois ciclos de cultivo, foram obtidas correlações significativas e positivas com o extrator DTPA, nas parcelas adubadas com o LB. Esse comportamento do Ni nos grãos, principalmente quando o LB foi aplicado, pode ser explicado pela quantidade quase oito vezes maior de Ni no LB, o que contribuiu para aumentar a absorção deste metal, e pelo acúmulo preferencial do Ni nos grãos de milho (Pierrisnard, 1996). Em relação ao Pb, nenhuma solução extratora foi eficiente na avaliação de sua fitodisponibilidade ao milho, quando se empregaram, nas análises, amostras de folhas, resultados também obtidos por Roca & Pomares (1991) e Abreu et al. (1995). Os coeficientes de correlação significativos e negativos observados entre Pb-solo e Pb-folha indicam haver uma relação inversa entre aumento dos teores disponíveis e teor foliar, o que pode ser reflexo da diluição dos teores desse metal em folha, decorrente do maior crescimento proporcionado pelas maiores taxas de N aplicadas; do acúmulo de Pb nas raízes ou outros órgãos das plantas; ou, ainda, da falta de resposta dos teores em folha aos acréscimos de Pb no solo. Já para os grãos, os extratores foram mais eficientes na predição da fitodisponibilidade de Pb, em virtude do efeito significativo e positivo das correlações entre Pb-grão e Pb-solo, para o LB e LF.

A análise de correlação entre os teores de Zn extraídos do solo com os teores desse nutriente nas folhas e grãos de milho mostra que as duas soluções extratoras foram eficientes na avaliação de sua fitodisponibilidade, independentemente da fonte de lodo de esgoto. Em geral, os coeficientes de correlação entre Zn-planta (folha e grão) e Zn-solo foram superiores aos obtidos para o Cu, o que indica maior eficiência dos métodos químicos na avaliação da fitodisponibilidade de Zn para o milho, o que está de acordo com os dados levantados por Abreu et al. (2002), para os coeficientes de correlação entre Zn e Cu-planta e Zn e Cu-solo, respectivamente, obtidos por diferentes extratores químicos, em diferentes culturas.

Os maiores teores de Zn foram extraídos do solo quando a solução extratora empregada foi a de Mehlich-1, nos três cultivos de milho (Figura 2); no entanto, as duas soluções extratoras (Mehlich-1 e DTPA) mostraram-se eficientes na avaliação de sua fitodisponibilidade para o milho. Esses resultados indicam que a simples extração de uma maior quantidade de um metal pesado do solo não implica, necessariamente, que a solução extratora seja mais eficiente em prever sua fitodisponibilidade.

## CONCLUSÕES

1. Os incrementos nos teores totais de metais pesados em solo foram diretamente proporcionais às doses de lodo aplicadas e aos teores de metais no lodo.
2. O uso de doses crescentes do lodo de esgoto de Barueri aumentou os teores disponíveis de Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em solo, quando a solução extratora utilizada foi a de DTPA.
3. A associação do teor disponível de metal no solo com o teor absorvido e alocado nas folhas e grãos mostrou-se dependente da fonte de lodo de esgoto utilizada, do metal avaliado e da seqüência de cultivos, não sendo indicado utilizar em diferentes situações de manejo do solo um único extrator.
4. Verificou-se a necessidade de monitoramento freqüente dos teores de metais pesados nas áreas que recebiam lodo de esgoto, bem como o controle periódico da qualidade do lodo para o uso agrícola.

## LITERATURA CITADA

- ABREU, C.A.; NOVAIS, R.F.; RAIJ, B. van. & RIBEIRO, A.C. Influência da reação do solo na extração de manganês por diferentes extratores químicos. *R. Bras. Ci. Solo*, 18:91-99, 1994.
- ABREU, C.A.; ABREU, M.F. & BERTON, R.S. Análise química de solo para metais pesados. *Tópicos em Ciência do Solo*. Viçosa, MG, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2002. v.2, p.645-692.
- ABREU, C.A.; ABREU, M.F.; RAIJ, B. van & SANTOS, W.R. Comparação de métodos de análise para avaliar a disponibilidade de metais em solos. *R. Bras. Ci. Solo*, 19:463-468, 1995.
- ABREU, M.F.; ABREU, C.A. & ANDRADE, J.C. Determinação de fósforo, potássio, cálcio, magnésio, enxofre, cobre, ferro, manganês, zinco, níquel, cádmio, cromo e chumbo em ácido nítrico usando métodos da US-EPA. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H. & QUAGGIO, J.A., eds. Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais. Campinas, Instituto Agrônomo de Campinas, 2001. p.251-261.
- AMARAL SOBRINHO, N.M.B.; VELLOSO, A.C.X. & OLIVEIRA, C. Solubilidade de metais pesados em solo tratado com resíduo siderúrgico. *R. Bras. Ci. Solo*, 21:9-16, 1997.
- ANJOS, A.R.M. & MATTIAZZO, M.E. Extratores para Cd, Cu, Cr, Mn, Ni, Pb e Zn em Latossolos tratados com biossólido e cultivado com milho. *Sci. Agric.*, 58:337-344, 2001.
- APHA-AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AWWA-AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION; WPCF-WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. Standard methods for the examination of water and wastewater. 18.ed. Washington, 1992.

- BATAGLIA, O.C. & RAIJ, B. van. Eficiência de extratores de micronutrientes na análise de solo. *R. Bras. Ci. Solo*, 13:205-212, 1989.
- BERTON, R.S.; VALADARES, J. M.A.S.; CAMARGO, O.A. & BATAGLIA, O.C. Peletização do lodo de esgoto e adição de  $\text{CaCO}_3$  na produção de matéria seca e absorção de Zn, Cu e Ni pelo milho em três Latossolos. *R. Bras. Ci. Solo*, 21:685-691, 1997.
- BREMNER, J.M. Nitrogen-total. In: SPARKS, D.L.; PAGE, A.L.; HELMKE, P.A.; LOEPPERT, R.H.; SOLTANPOUR, P.N.; TABATABAI, M.A.; JOHNSTON, C.T. & SUMNER, M.E., eds. *Methods of soil analysis. Chemical Methods*. Madison, Soil Science Society of America, 1996. Part 3. p.1085-1121.
- CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van. & CAMARGO, C.E.O. Cereais. In: RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. & FURLANI, A.M.C., eds. *Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo*. 2.ed. Campinas, Instituto Agrônomo de Campinas/Fundação IAC, 1997. p.45-71.
- COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL - CETESB. *Aplicação de lodos de sistemas de tratamento biológico em áreas agrícolas: critérios para projeto e operação*. São Paulo, 1999. 32p. (Manual Técnico, 4230)
- COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL - CETESB. *Relatório de estabelecimento de valores orientadores para solos e água subterrâneas do Estado de São Paulo*. São Paulo, 2001. 232p.
- DEFELIPO, B.V.; NOGUEIRA, A.V.; LOURES, E.G. & ALVAREZ V., V.H. Eficiência agrônômica do lodo de esgoto proveniente de uma indústria siderúrgica. *R. Bras. Ci. Solo*, 15:389-393, 1991.
- FERREIRA, D.F. Análises estatísticas por meio do Sisvar para Windows 4. 0. In: REUNIÃO ANUAL DA REGIÃO BRASILEIRA DA SOCIEDADE INTERNACIONAL DE BIOMETRIA, 45., São Carlos, 2000. Anais. São Carlos, UFSCAR, 2000. p.255-258.
- GALRÃO, E.Z. Métodos de aplicação de zinco e avaliação de sua disponibilidade para o milho num Latossolo Vermelho-Escuro, argiloso, fase cerrado. *R. Bras. Ci. Solo*, 20:283-289, 1996.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDISATION – ISO. *Soil quality, extraction of trace elements soluble in aqua regia*, ISO 11466, 1995.
- KABATA-PENDIAS, A. & PENDIAS, H. *Trace elements in soils and plants*. 3.ed. Boca Raton, CRC Press, 2001. 413p.
- KELLER, C. & VÉDY, J.C. Distribution of copper and cadmium fractions in two forest soils. *J. Environ. Qual.*, 23:987-989, 1994.
- KORCAK, R.F. & FANNING, D.S. Extractability of cadmium, copper, nickel, and zinc by double acid versus DTPA and plant content at excessive soil levels. *J. Environ. Quality*, 7:506-512, 1978.
- LINDSAY, W.L. & NORVELL, W.A. Development of DTPA soil test zinc, iron, manganese and copper. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 42:421-428, 1978.
- LOGAN, T.J. & CHANEY, L.R. Metals. In: *WORKSHOP ON UTILIZATION OF MUNICIPAL WASTEWATER AND SLUDGE ON LAND*, 1., Riverside, 1983. Proceedings. Riverside, University of California, 1983. p.235-323.
- McBRIDE, M.B. Toxic metal accumulation from agricultural use of sludge: are USEPA regulations protective? *J. Environ. Qual.*, 24:5-18, 1995.
- McBRIDE, M.B. Reactions controlling heavy metals solubility in soils. *Adv. Soil Sci.*, 10:1-56, 1989.
- MEHLICH, A. Determination of P, Ca, Mg, K, Na, and  $\text{NH}_4$ . Raleigh, North Carolina Soil Test Division, 1953. não publicado.
- MULCHI, C.L.; ADAMU, C.A.; BELL, P.F. & CHANEY, R.L. Residual heavy metal concentrations in sludge-amended coastal plain soils – I. Comparison of extractants. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, 22:919-941, 1991.
- NELSON, D.W. & SOMMERS, L.E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: PAGE, A.L.; MILLER, R.H. & KEENEY, D.R., eds. *Methods of soil analysis*. 2.ed. Madison, American Society of Agronomy/Soil Science Society of America, 1982. p.539-579.
- OLIVEIRA, F.C.; MATTIAZZO, M.E.; MARCIANO, C.R. & ABREU JÚNIOR, C.H. Fitodisponibilidade e teores de metais pesados em um Latossolo Amarelo distrófico e em plantas de cana-de-açúcar adubadas com composto de lixo urbano. *R. Bras. Ci. Solo*, 26:737-746, 2002.
- PIERRISNARD, F. Impact de l'amedment des boues residuaires de la ville de Marseille sur de sols a vocation agricole: comportement du Cd, Cr, Cu, Ni, Pb e Zn, des hydrocarbures et des composes polares. Marseille, Université de Droit d'Economie et des Sciences d'Aix-Marseille, 1996. 408p. (Tese Doutorado)
- RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. & FURLANI, A.M.C. *Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo*. Campinas, Instituto Agrônomo de Campinas, 1997. 285p.
- ROCA, J. & POMARES, F. Prediction of available heavy metals by six chemical extractions in a sewage sludge-amended soil. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, 22:2119-2136, 1991.
- SILVA, F.C., ed. *Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes*. Brasília, Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia, 1999. 370p.
- SOCCOL, V.T. & PAULINO, R.S. Riscos de contaminação do agroecossistema com parasitos pelo uso do lodo de esgoto. In: BETTIOL, W. & CAMARGO, O.A., eds. *Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto*. Jaguariúna, Embrapa Meio Ambiente, 2000. p.245-258.
- TEDESCO, M.J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A.; BOHEN, H. & VOLKWEISS, S.J. Análise de solo, plantas e outros materiais. Porto Alegre, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995. 174p.