**Universidade de São Paulo
Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz**

**Caracterização química de subprodutos da indústria sucroenergética
enriquecidos com fontes minerais e orgânicas submetidos à compostagem**

Cintia Masuco Lopes

Tese apresentada para obtenção do título de Doutora
em Ciências. Área de concentração: Solos e Nutrição
de Plantas

**Piracicaba
2014**

Cintia Masuco Lopes
Engenheira Agrônoma

Caracterização química de subprodutos da indústria sucroenergética enriquecidos com fontes minerais e orgânicas submetidos à compostagem

versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011

Orientador:

Prof. Dr. **GODOFREDO CESAR VITTI**

Tese apresentada para obtenção do título de Doutora em Ciências. Área de concentração: Solos e Nutrição de Plantas

Piracicaba
2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
DIVISÃO DE BIBLIOTECA - DIBD/ESALQ/USP

Lopes, Cintia Masuco

Caracterização química de subprodutos da indústria sucroenergética enriquecidos com fontes minerais e orgânicas submetidos à compostagem / Cintia Masuco Lopes. - - versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011. - - Piracicaba, 2014.
80 p: il.

Tese (Doutorado) - - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", 2014.

1. Fósforo 2. Fracionamento 3. Hedley 4. Solubilização I. Título

CDD 631.875
L864c

"Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte -O autor"

A minha mãe, Neuza

Por todo amor, apoio e incentivo

OFEREÇO

Ao meu pai, Antonio

Por sua luta, força e coragem em superar as adversidades

DEDICO

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela sua presença em minha vida.

Ao Prof. Dr. Godofredo Cesar Vitti, pela orientação, oportunidade, confiança e amizade.

À Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz e a coordenação do Programa de Pós Graduação (PPG) em Solos e Nutrição de Plantas pela oportunidade oferecida.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de doutorado.

Aos amigos “irmãos”, Carlos Nascimento, Edson Mota, Eduardo Zavaschi, Fernanda Latanze, Letícia ‘Eva’ Farias, Priscila Martins e Thiago ‘Bat-ria’ Moura, pela amizade, carinho, apoio e acolhimento no grupo; vocês fizeram todos os dias do meu doutorado mais felizes.

A Silvia Helena, ao Prof. Rafael Otto e ao GAPE pela amizade, ajuda e suporte necessário.

Aos amigos que já passaram pela pós-graduação, Mariana Gabos, Susana Blum, Benedito Corrêa, Leônidas Melo, Adriana Guirado, Bruna Botin, Elaine Guedes, Fernando Garbuio, Getulio Figueiredo, Jaedson Mota, Rodrigo Coqui e Suzana Romeiro, cuja amizade ainda permanece.

Ao amigo Evandro Barbosa e sua esposa Pâmela, pela imensa amizade e companheirismo.

Aos professores Marcio Roberto Soares (UFSCar) e Luís Reynaldo Ferracciú Alleoni (ESALQ/USP), pela amizade e ensinamentos durante toda a vida acadêmica.

Aos amigos e companheiros de programa de pós-graduação, em especial, Luana Colleti, Alexys Boim, Flávio Araújo, João Antonangelo, Murilo Campos, Sabrina Novaes, Sheila Santos, Anderson Braz, Eloana Bonfleur, Thalita Abruzzini, Altina Lacerda, Marcos Rodrigues, Luiz Francisco, Fábio, Thales, Greice, Wilfrand, Ana Paula, Andréia Erdmann

Ao companheiro de projeto de tese de doutorado Gérman Estrada.

Aos técnicos de laboratório Luiz Silva, Marina Colzato, Débora Grandino, Denise Mescolotti, Rita de Castro, Vanda Zancheta e João Granja pela amizade, prestatividade e convivência.

À Usina São José da Estiva e a Baraúna – Comércio e Indústria Ltda pela concessão da área experimental e todo o suporte físico e de pessoal necessário para condução do projeto de tese.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

RESUMO.....	9
ABSTRACT.....	11
1 INTRODUÇÃO.....	13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
2.1 Panorama geral da cultura da cana-de-açúcar.....	15
2.2 Utilização de subprodutos.....	15
2.3 Compostagem de subprodutos.....	16
2.4 Fósforo.....	17
2.5 Fracionamento de fósforo.....	19
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	23
3.1 Análises laboratoriais.....	25
3.2 Fracionamento de fósforo.....	28
3.3 Experimento em casa de vegetação.....	29
3.4 Análises estatística.....	31
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	33
4.1 Caracterização do composto.....	33
4.1.1 Umidade, pH e condutividade elétrica.....	33
4.1.2 Teor de matéria orgânica total e resíduo mineral insolúvel.....	36
4.1.3 Teores totais de macronutrientes, micronutrientes, elementos benéficos e tóxicos.....	39
4.1.3.1 Teores de macronutrientes e elementos benéficos.....	39
4.1.3.2 Teores de micronutrientes.....	40
4.1.3.3 Elementos tóxicos.....	43
4.1.3.4 Desdobramento da interação composição x inoculante e época x composição	45
4.1.4 Fósforo total, fósforo solúvel em solução de ácido cítrico 2% e fósforo solúvel em solução citrato neutro de amônio.....	48
4.2 Fracionamento de fósforo.....	50
4.3 Teores de fósforo na cultura do arroz.....	59
5 CONCLUSÕES.....	63
REFERÊNCIAS.....	65

APÊNDICES..... 73

RESUMO

Caracterização química de subprodutos da indústria sucroenergética enriquecidos com fontes minerais e orgânicas submetidos à compostagem

O aproveitamento de subprodutos da indústria sucroenergética como fonte de nutrientes para a lavoura tem-se tornado cada vez mais importante na cadeia de produção da cana-de-açúcar. Esses materiais são ricos em nutrientes, sendo ambiental e economicamente uma alternativa sustentável com vistas à ciclagem biogeoquímica. Diante disso, tais podem ser utilizados "in natura" ou receber tratamento, por exemplo, compostagem, que os transforma em organominerais quando da adição de fontes minerais, como o concentrado apatítico, a fim de melhorar a sua qualidade como fertilizante. Os objetivos deste estudo foram caracterizar os atributos químicos de um fertilizante organomineral, obtido por processo de compostagem com a co-utilização de bactérias solubilizadoras de fósforo, e avaliar a eficiência do mesmo na adubação em experimento conduzido em casa de vegetação. A compostagem foi conduzida em leiras no pátio da Usina São José da Estiva, localizada no município de Novo Horizonte-SP. Foram utilizados os subprodutos torta de filtro e cinza de caldeira, enriquecidos com concentrado apatítico de Araxá e esterco de poedeira. A combinação dos subprodutos propostos resultou na formação de quatro composições, distribuídas em 24 leiras de compostagem nas quais em metade delas foi adicionada uma mistura composta por bactérias dos gêneros *Pseudomonas* e *Bacillus*, com a finalidade de verificar a possibilidade de solubilização do concentrado apatítico. As leiras de compostagem foram conduzidas por 60 dias, sendo realizadas amostragens quinzenais. Foram realizadas análises químicas e físicas para caracterização dos subprodutos bem como de cada composição das leiras de compostagem. Complementarmente, foram realizadas as análises de fracionamento para identificar frações inorgânicas e orgânicas de fósforo nas composições das leiras de compostagem. A sequência de extratores utilizados foi: H_2O ultrapura, NaHCO_3 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$, NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, HCl 1 mol L^{-1} , NaOH $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ e $\text{MgCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ (para a digestão do resíduo). O cultivo do arroz foi conduzido em casa de vegetação, para avaliar a disponibilidade de fósforo oriundo das composições das leiras de compostagem. Os teores de macro e micronutrientes, além dos elementos benéficos e tóxicos, foram influenciados pelo período de compostagem e pela matéria-prima utilizada nas composições das leiras. As formas de fósforo presentes em todas as composições das leiras de compostagem corresponderam, principalmente, à fração de P moderadamente lábil. A adição de inoculantes à leira de compostagem promoveu solubilização do concentrado apatítico, sendo esse P incorporado nas frações orgânicas do P-lábil (P em NaHCO_3 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$) e do P-moderadamente lábil (P em NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$). Em casa de vegetação, para o solo argiloso, o efeito do inoculante nas composições proporcionou maior teor de P acumulado pela parte aérea do arroz, provavelmente ocasionadas pela presença de formas de P com menor afinidade à fixação pelo solo.

Palavras-chave: Fósforo; Fracionamento; Hedley; Solubilização

ABSTRACT

Chemical characterization of byproducts of sugarcane industry enriched with mineral and organic sources submitted to composting

The use of sugarcane industry waste as a source of nutrients for the crop has become increasingly important in the chain of sugarcane production. These byproducts are rich in nutrients and their use is an economical and environmentally sustainable option for waste recycling. In addition, they can be used "fresh" or undergo treatment such as composting. This process, when addition apatite concentrate, can transform these organic wastes into a high-quality organo-mineral fertilizer. This study's aim was to characterize the chemical properties of an organic-fertilizer, obtained by composting process with the use of bacteria phosphate solubilizers, and to evaluate its fertilization efficiency in experiment conducted in greenhouse. Therefore, an experiment was conducted at sugarcane mill São José da Estiva composting field, located in Novo Horizonte-SP, Brazil. In the composting process, filter cake waste and boiler ash was enriched with Araxa apatite concentrate and hen manure. The combining proposed were forming four compositions distributed in 24 piles of compost. In half of the piles, a *Pseudomonas* and *Bacillus* bacteria mixture was added in order to enhance the possibility of apatite concentrate solubilization. The compost windrows were conducted for 60 days and biweekly sampling was performed in each windrow. The chemical and physical analysis for characterization of byproducts were performed and each windrow composting composition. In addition, complementary fractionation analyzes of each sample was performed in order to identify the inorganic and organic phosphorus fractions. The sequence extraction was: ultrapure H_2O , NaHCO_3 0.5 mol L^{-1} , NaOH 0.1 mol L^{-1} , HCl 1 mol L^{-1} , NaOH 0.5 mol L^{-1} and $\text{MgCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ for digestion residue. In order to evaluate the solubilization and availability of phosphorus from the windrow composting compositions, a greenhouse experiment with rice crop was designed. It was found that composting period and the material type influenced the nutrient and the toxic element content in all windrow composting compositions. Forms of phosphorus present in all windrow composting compositions and quantified by the fractionation mainly corresponded to the fraction of moderately labile. The inoculant addition at windrow composting promoted the solubilization of apatite concentrate and this P was incorporated in the organic fractions of labile P (NaHCO_3 in 0.5 mol L^{-1}) and moderately labile P (NaOH 0.1 mol L^{-1}). Moreover, the bacterial inoculant increased P uptake by rice in clay soil, probably due to the formation of P forms with lower tendency of fixation in the soil.

Keywords: Phosphorus; Fractionation; Hedley; Solubilization

1 INTRODUÇÃO

A utilização de subprodutos da indústria sucroenergética como fonte de nutrientes para a própria lavoura tem se tornado cada vez mais importante na cadeia produtiva da cana-de-açúcar. Isto se deve às frequentes elevações dos preços de fertilizantes minerais, levando as usinas ao aproveitamento de seus subprodutos. Esse manejo é alternativa ambiental e econômica para a ciclagem de nutrientes, uma vez que tais materiais são ricos em nitrogênio, fósforo, potássio e outros elementos essenciais ao desenvolvimento de plantas.

Os subprodutos vegetais e animais são matérias-primas para produção de fertilizantes orgânicos. Estes subprodutos podem ser utilizados na sua forma “*in natura*” ou receberem tratamento, como a compostagem, transformando-os em fertilizantes orgânicos simples ou organominerais, quando acrescidos de fontes minerais, como o concentrado apatítico, visando à melhoria na sua qualidade química.

Dentre os macronutrientes, o fósforo (P) tem papel importante no desenvolvimento da cana-de-açúcar, sendo o elemento que mais limita a produtividade da cultura. O P é essencial no desenvolvimento da cultura, pois participa ativamente no processo de enraizamento e no metabolismo da planta, como na formação de proteínas, divisão celular, fotossíntese, respiração, armazenamento e fornecimento de energia a partir do ATP e formação de sacarose, matéria-prima para a produção de açúcar e etanol.

A quantidade de P disponível encontrada nos solos brasileiros é naturalmente baixa. Geralmente, esse nutriente apresenta-se fixado pelos oxi-hidróxidos de Fe e Al em ambientes ácidos e ligado ao Ca em ambientes alcalinos, apresentando baixa solubilidade, condições que o torna menos disponível às plantas. Também, o P pode ocorrer na forma de compostos orgânicos fosforados e como ortofosfato primário (H_2PO_4^-), sendo esta forma solúvel, mas que apresenta elevada retenção no solo devido às reações químicas de adsorção, diminuindo sua disponibilidade às plantas. A caracterização do P em compostos é importante para a estimativa da sua disponibilidade para as culturas. Um dos procedimentos utilizados para caracterizar as formas de P presentes nos solos, ou em compostos orgânicos, consiste no uso de técnicas analíticas de fracionamento. O processo de fracionamento possibilita determinar as diferentes frações do elemento baseando-se em sua solubilidade em diversos extratores, permitindo obter informações sobre seu comportamento adsorativo bem como a sua disponibilidade, em curto e longo prazos.

Os objetivos deste trabalho foram caracterizar os atributos químicos e físicos de um produto obtido por processo de compostagem para fins de uso como composto orgânico

enriquecido, e avaliar a eficiência do mesmo na adubação fosfatada em experimento conduzido em casa de vegetação.

As hipóteses testadas foram:

- i) as formas de fósforo presentes no composto orgânico oriundo da compostagem, quantificadas pela técnica analítica de fracionamento, representam a maioria da fração desse nutriente disponível às plantas;
- ii) o uso de microrganismos adicionados na leira de compostagem auxilia na solubilização do concentrado apatítico, tornando o P mais prontamente disponível às plantas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Panorama geral da cultura da cana-de-açúcar

O Estado de São Paulo tem sido o maior produtor de cana de açúcar do Brasil. Na safra 2013/14 foram colhidas 372 milhões de toneladas de cana de açúcar (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB, 2014), correspondendo a 57 % da safra brasileira.

A cultura da cana-de-açúcar é caracterizada pela intensa extração e exportação de nutrientes, porém com elevado potencial de reciclagem destes devido ao retorno ou a permanência dos resíduos na lavoura. Visto que os produtos exportados na produção do açúcar e do etanol são constituídos principalmente por carbono, hidrogênio e oxigênio, grande parte dos demais nutrientes absorvidos pela planta ficam contidos nos resíduos gerados e podem ser reciclados durante a produção de cana-de-açúcar (ROSSETTO et al., 2010). Os resíduos ou subprodutos da indústria canavieira, como vinhaça, torta de filtro, cinzas de caldeira, fuligem das chaminés e águas residuárias, podem retornar às lavouras para serem utilizados como fertilizantes.

2.2 Utilização de subprodutos

A torta de filtro é um dos principais subprodutos gerados pela atividade agroindustrial sucroenergética, obtida nos filtros rotativos após extração da sacarose residual da borra, sendo uma mistura de bagaço moído e lodo de decantação (CARNEIRO, 2004). Santana e Souza (1984) definem a torta de filtro como o subproduto resultante da purificação do caldo processado nas usinas. A torta de filtro pode ser obtida mediante três tipos de processo (filtro rotativo a vácuo - “Oliver”, filtro-prensa ou separador por difusor) em relação ao sistema de extração do caldo (moagem ou difusor). A produção de torta de filtro pelas usinas é mais expressiva quando a extração do caldo é feita por moendas. A eficiência desse processo corresponde a uma média de 18 a 35 kg de torta de filtro a cada tonelada de cana-de-açúcar processada (LUZ; VITTI, 2008).

O maior uso da torta de filtro é como fonte de N e P e como condicionador físico do solo no próprio sistema de cultivo de cana de açúcar. Na composição química da torta de filtro há altos teores de matéria orgânica compostável e sua relação C:N é próxima de 20. Esse subproduto apresenta concentrações consideráveis de fósforo, nitrogênio e cálcio, sendo a

liberação destes elementos feita de forma gradativa para o solo, proporcionando efeito residual médio de 2 a 3 cortes do canavial (ROSSETTO et al., 2010). A torta de filtro é rica em P, entretanto, o teor de P_2O_5 é variável dependendo de sua origem, sendo que a torta de filtro gerada nas usinas tem aproximadamente o dobro de P (em média, 2% de P_2O_5 em base na matéria seca) comparada àquela gerada por destilarias (KORNDORFER, 2004). Embora a torta de filtro apresente consideráveis concentrações de nutrientes, é necessário balanceá-la acrescentando outros nutrientes, principalmente o potássio quando o material é aplicado na adubação da cana-de-açúcar (ROSSETTO et al., 2010).

As cinzas de caldeiras, obtidas da queima do bagaço, constitui-se de material relativamente mais pobre em nutrientes e com baixos teores de matéria orgânica, porém, apresenta maiores teores de Ca e K. O condicionamento da torta de filtro pela mistura com cinzas de caldeiras reduz a umidade do composto de 75 para 40 %, diminuindo os custos de transporte e possibilitando a aplicação de quantidades maiores de nutrientes por área. Além disso, nessa mistura também ocorre redução da relação C/N, pela mineralização e subsequente liberação de nutrientes durante o processo compostagem.

2.3 Compostagem de subprodutos

Uma alternativa viável ao tratamento de resíduos orgânicos é a compostagem, que consiste num processo biológico, aeróbio e controlado, por meio do qual se consegue humificação desses resíduos, tendo-se como produto final um composto orgânico que apresenta características agronômicas desejáveis, sendo classificado pela legislação brasileira como fertilizantes orgânicos (FERNANDES et al., 1993; KIEHL, 2004). Durante este processo ocorrem duas fases distintas, sendo inicialmente a degradação ativa seguida da maturação (humificação) do material orgânico, quando é obtido o fertilizante orgânico (MATOS et al., 1998).

A possível necessidade de adubação mineral complementar à aplicação de fertilizante orgânico depende da exigência nutricional, do nível de produtividade da cultura, propriedades do solo além do tipo e qualidade do resíduo orgânico (ABREU JUNIOR et al., 2005). A utilização de resíduos orgânicos gerados na agroindústria é alternativa importante que visa minimizar os riscos associados à degradação ambiental e melhorar a capacidade produtiva do sistema agrícola (RAYMENT, 2005).

Há diversos estudos sobre compostagem da torta de filtro, cujo objetivo principal é diminuir a umidade e, assim, reduzir os custos de transporte até o local de aplicação além de

tornar os nutrientes mais disponíveis, através da mineralização da matéria orgânica. A compostagem pode ser realizada pela adição de calcário, gesso, fosfatos de rocha, cinzas, vinhaça além de esterco de animais, como o de galinhas poedeiras e a cama de frango (ROSSETTO et al., 2008).

2.4 Fósforo

O fósforo (P) está envolvido em diversos processos metabólicos vitais para todos os seres vivos, sendo intimamente associado à produção, transferência e armazenamento de energia (STAUFFER; SULEWSKI, 2004). O P tem a propriedade de aumentar a eficiência do consumo de água pela planta bem como a absorção e a utilização de outros nutrientes (KORNDORFER, 2004).

O P é absorvido pelas plantas na forma de íon ortofosfato (H_2PO_4^-), sendo presente na solução do solo, porém, em pequenas quantidades. A eficiência da utilização do P oriundo de fertilizante é baixa, pois apenas uma parte é absorvida pelas plantas. Isso faz com que as doses aplicadas nas adubações sejam bem maiores que a quantidade exportada pela produção vegetal (ROSSETTO et. al., 2008). Tal fato é justificado, pois, geralmente, esse nutriente é encontrado no solo fixado pelos oxi-hidróxidos de Fe, Al, Mn e na forma de sais pouco solúveis de Ca, o que diminui sua disponibilidade às plantas (BRANCO; MURGEL; CAVINATTO, 2001).

A principal fonte de P é proveniente das rochas ígneas e sedimentares, as quais constituem recurso natural não renovável e, por isso, além do uso racional (ISHERWOOD, 1999), a busca por fontes alternativas se faz necessária. Os minerais nas rochas fosfáticas são constituídos por dois grupos: as apatitas, isto é, fosfatos de Ca ligados à OH^- , F^- e Cl^- , e as fosforitas, compreendendo os fosfatos de Ca com substituição parcial do PO_4^{3-} por CO_3^{2-} , Mg e Na (LOPES, SILVA, BASTOS, 2004).

Uma alternativa para modificar a concentração do P na solução do solo é o uso de fontes orgânicas. Com a mineralização dos restos culturais ou da matéria orgânica humificada do solo o P é liberado da biomassa e contribuirá positivamente para o conteúdo de P em solução. Por outro lado, poderá haver imobilização temporária do P da solução do solo pela sua incorporação à biomassa microbiana devido à adição de novas fontes de carbono, como restos culturais, ao sistema. Porém, quando a atividade microbológica decrescer a valores próximos aos iniciais, o P em solução voltará a aumentar devido ao predomínio da mineralização sobre a imobilização (NOVAIS; SMYTH, 1999).

A disponibilidade de fósforo oriundo de concentrados apatíticos é governada pela sua solubilização lenta, podendo ser um fator limitante ao crescimento de culturas de ciclo rápido. Entretanto, isso pode ser contornado pela ação de microrganismos solubilizadores de fósforo (VASSILEV et al., 2006). A associação de fosfatos (apatita ou fosforita) e, ou, resíduos orgânicos com microrganismos solubilizadores de fósforo tem promovido aumento da disponibilidade de fósforo na solução do solo (HUSSAIN et al., 2001). Estrada et. al. (2013), estudando o efeito da inoculação de bactérias na solubilização de fosfatos de rocha para a cultura do arroz, encontraram efeitos significativos no acúmulo de P na massa seca quando plantas inoculadas com bactérias do gênero *Herbaspirillum* e *Burkholderia* foram comparadas com plantas não inoculadas. Portanto, a aplicação de fertilizantes fosfatados combinados com compostos orgânicos, como torta de filtro, e microrganismos solubilizadores de fósforo também pode ser alternativa para aumentar a disponibilidade de P em áreas cultivadas com cana-de-açúcar, porém, isso ainda tem sido pouco estudado.

À medida que o P é retirado da solução do solo, sua concentração diminui, sendo que o sistema tende à reestabelecer o equilíbrio químico entre as formas de P em solução e aquelas fracamente ligadas aos minerais do solo e à matéria orgânica. Portanto, o conceito de labilidade (divisão nas formas de P lábeis, moderadamente lábeis e não lábeis) é relativo à escala de tempo (GUO; YOST, 1998). Entretanto, em curto período de tempo, formas mais estáveis de P são geradas, aumentando o compartimento de P não lábil. Por outro lado, o P ligado à matéria orgânica torna-se disponível às plantas quando mineralizado pela ação dos microrganismos. Ademais, a natureza do composto associado ao P do solo permite classificá-lo em dois grupos: inorgânico (Pi) e orgânico (Po), sendo essas formas de P de difícil identificação devido às várias reações que o elemento e os seus compostos resultantes podem apresentar (GATIBONI, 2003).

O grupo do Pi pode ser subdivido em P oriundo de minerais primários, P adsorvido e aquele presente na solução do solo, cujo teores são relativamente menores. Os minerais primários representam apenas porção diminuta dos minerais do solo (de 0,02 a 0,5 %) (LINDSAY; VLEK; CHIEN, 1989) e, por isso, sua identificação direta por difratometria de raios X é limitada. Por outro lado, o P adsorvido pode ocorrer em todos os minerais do solo haja vista sua afinidade em formar complexos de alta energia de ligação, os quais podem estar precipitados com formas iônicas de Fe, Al e Ca, adsorvidos às argilas silicatadas do tipo 1:1, adsorvidos à matéria orgânica do solo, por pontes de cátions, e, principalmente, adsorvidos aos oxi-hidróxidos de Fe e Al (PARFITT, 1978). Isso reflete em baixos teores de P na solução do solo e, conseqüentemente, menor disponibilidade às plantas.

Já o grupo Po representa de 20 a 80 % do P total do solo (DALAL, 1977), sendo relevante em solos tropicais visto que atua diretamente na disponibilidade do nutriente às plantas (WALKER; SYERS, 1976; TIESSEN; STEWART; COLE, 1984; CROSS; SCHILESINGER, 1995). O Po é oriundo de restos culturais adicionados ao solo, tecido microbiano e produtos de sua decomposição. Assim, compostos como ácidos nucleicos e fosfolipídios com ligação diéster possuem estrutura química que favorece sua mineralização e, conseqüentemente, ocorrem em quantidades relativamente menores no solo. Já os fosfatos monoésteres, como o fosfato inositol, possuem alta energia de ligação com a estrutura química da molécula e apresentam mais afinidade à interação com os constituintes inorgânicos do solo devido à sua alta carga residual, o que dificulta a mineralização, com conseqüente baixa disponibilidade às plantas, e favorece seu acúmulo no solo (TATE, 1984; STEWART; TIESSEN, 1987). Portanto, as formas do Po no solo ocorrem mais frequentemente como fosfatos de inositol seguido dos fosfolipídios e ácidos nucleicos (RHEINHEIMER, 2000).

Ainda, a fração de P contida na biomassa microbiana (P microbiano) torna-se relevante por sua dinâmica rápida, e representa de 2 a 24 % do Po do solo (BROOKES; POWLSON; JENKINSON, 1984). A biomassa microbiana do solo consome os resíduos orgânicos para adquirir carbono, energia, elétrons e nutrientes (NEVES, 1992), influenciando a ciclagem de nutrientes pela mineralização desses resíduos ou pela imobilização (McGILL; COLE, 1981; TATE, 1984; SMECK, 1985). Como vantagem, o P microbiano está imobilizado temporariamente e, assim, sofre menor adsorção específica aos colóides inorgânicos do solo (TATE et al., 1991).

2.5 Fracionamento de Fósforo

No solo, as transformações do fósforo provenientes da fertilização têm sido avaliadas através do fracionamento químico do nutriente (HEDLEY; STEWART; CHAUHAN, 1982). Esse procedimento consiste na extração sequencial (ou fracionamento) do fósforo desde formas com menor até aquelas com maior estabilidade, fundamentadas em sua solubilidade. Embora existam críticas sobre as técnicas de fracionamento, como o grau de seletividade dos extratores, a insensibilidade em distinguir compostos intermediários e grupos de classificação (fósforo orgânico, inorgânico, lábil e não lábil), vários trabalhos utilizaram essas técnicas para diferenciar os efeitos do tipo de solo (SHARPLEY; TIESSEN; COLE, 1987; TIESSEN; STEWART; COLE, 1984), sistemas de cultivo (HEDLEY; STEWART; CHAUHAN, 1982;

SILVA et al., 2003), preparo do solo e rotação de culturas (RHEINHEIMER; ANGHINONI, 2001, 2003) e manejo da adubação (CONTE; ANGHINONI; RHEINHEIMER, 2003, SANTOS et al. 2008) nas frações de fósforo no solo. As técnicas de fracionamento de fósforo utilizadas para solos também podem ser aplicadas em outros materiais, como compostos orgânicos (CASSOL; GIANELLO; COSTA, 2001; KOYMIYAMA; ITO; SAIGUSA, 2010) e lodo de esgoto (FROSSARD, TEKELEY, GRIMAL, 1994).

Chang e Jackson (1957), Williams et al. (1971) e Hedley, Stewart e Chauhan (1982) propuseram a utilização do fracionamento com a finalidade de caracterizar vários compartimentos de P no solo. O método mais utilizado nas pesquisas tem sido o proposto por Hedley, Stewart e Chauhan (1982) e é aplicado para quantificar formas inorgânicas e orgânicas de P no solo. As formas mais lábeis de P são as primeiras a serem removidas por extratores mais fracos, seguida da extração de P ligado ao Fe Al ou matéria orgânica, e, posteriormente, da solubilização do P ligado ao Ca (FROSSARD; TEKELY; GRIMAL, 1994).

Originalmente o método proposto por Hedley, Stewart e Chauhan (1982) pressupõe a adição sequencial de extratores com níveis crescentes de força de extração de P, cuja ordem de aplicação é: resina trocadora de ânions, NaHCO_3 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ a pH 8,5, NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ + ultrassonificação, HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ e digestão do solo residual com $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$. Ainda, a extração em duplicata para os dois primeiros extratores (resina e NaHCO_3) possibilita que uma delas seja realizada com um tratamento com CHCl_3 (fumigação da amostra), para quantificação, por diferença, da quantidade de P proveniente da biomassa microbiana.

A partir do trabalho de Cross e Schlesinger (1995), as formas de P do solo puderam ser explicadas pelo fracionamento de Hedley. Assim, a resina de troca aniônica extrai formas lábeis de P_i , similarmente ao NaHCO_3 , que também extrai formas orgânicas de P lábil. O P moderadamente lábil consiste do P extraído na etapa do NaOH ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$) extrai o P adsorvido aos óxidos de Fe e de Al além do Po (fosfato monoéster). O P extraído com HCl também é considerado moderadamente lábil, e quantifica o P ligado aos fosfatos de Ca. Já as frações não lábeis de P são compostas por aquelas extraídas com NaOH ($0,5 \text{ mol L}^{-1}$), que remove P_i e Po que estariam protegidos internamente aos agregados (P ocluso), enquanto que a digestão residual extrai as formas de P mais recalcitrantes (RODRIGUES, 2014).

A fração do P residual é considerada recalcitrante pelo fato de não ter sido extraída nas etapas antecessoras, portanto, considera-se não disponível. É importante entender a natureza e a dinâmica do P residual, pois em muitos solos e sedimentos essa fração pode representar

proporções importantes do P total (CONDRON; NEWMAN, 2011). Chen et al. (2000) observaram decréscimos significativos no P residual de solos sob florestas comparados com áreas adjacentes cultivadas com culturas anuais, e sugere que essa fração residual tenha sido utilizada como suporte ao crescimento de plantas em curto período de tempo. Portanto, Condron e Newman (2011) afirmam que o P residual está longe de ser recalcitrante com respeito à biodisponibilidade em longo prazo, e é necessário refinamento do método do fracionamento quando o objetivo é obter informações mais precisas sobre o P recalcitrante.

3 MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido na usina sucroenergética São José da Estiva (USJE), localizada no município de Novo Horizonte - SP. Foram utilizados os seguintes subprodutos gerados na indústria sucroenergética: torta de filtro e cinza de caldeira. Além disso, também foram utilizados concentrado apatítico de Araxá e esterco de poedeira. Todos esses componentes foram levados ao pátio de compostagem da usina, onde foram montadas as leiras, sendo deixadas a céu aberto. O pátio de compostagem apresenta superfície de solo compactado, para obter condutividade hidráulica adequada. A dimensão de cada leira montada foi 3,20 m de base e 1,60 m de altura, aproximadamente, e medindo 50 m de comprimento, sendo seu formato triangular. Foram adicionadas nas leiras duas partes de torta de filtro (1400 kg m^{-1}) para uma de cinza de caldeira (700 kg m^{-1}), sendo aplicados 2% de concentrado apatítico de Araxá (42 kg m^{-1}) e 380 kg m^{-1} de esterco de poedeira.

Foi utilizada uma mistura composta por bactérias do gênero *Pseudomonas* PSBr12 e *Bacillus* Bac01, fornecidos pela empresa Baraúna – Comércio e Indústria Ltda., visando à solubilização do concentrado apatítico de Araxá adicionado às leiras de compostagem. Foram aplicados oito litros de ‘inoculante’ por tonelada de composto na leira (Figura 1).

Figura 1 - Etapas de montagem das leiras de compostagem: (a) Torta de Filtro; (b) Aplicação do concentrado apatítico sobre a torta de filtro; (c) Aplicação da cinza sobre a torta de filtro e concentrado apatítico; (d) Aplicação de mistura de inoculante

Foram montadas vinte e quatro leiras de compostagem com a finalidade de obter a combinação dos componentes propostos, cujos tratamentos experimentais estão apresentados na Tabela 1, e sua disposição espacial mostrados na Figura 2.

Tabela 1 – Detalhamento da composição das leiras de compostagem conduzidas na Usina São José da Estiva

Composição	Inoculante	Torta de filtro	Cinza	Concentrado apatítico	Esterco de Poedeira
C1*	X	X	X		
C1		X	X		
C2 *	X	X	X	X	
C2		X	X	X	
C3 *	X	X	X		X
C3		X	X		X
C4 *	X	X	X	X	X
C4		X	X	X	X

Figura 2 - Vista superior da distribuição dos tratamentos na área experimental, no pátio de compostagem da Usina São José da Estiva

Para evitar queda na atividade microbiana, foi realizado monitoramento semanal da umidade e da temperatura das leiras de compostagem. Amostras foram coletadas para determinação da umidade, sendo estas pesadas após secas em estufa por 16 h a 65 °C. Quando a umidade atingia níveis inferiores a 40 %, realizava-se irrigação. A temperatura foi medida com termômetro de haste metálica, comumente utilizado em compostagem. Quando a temperatura ultrapassava 65 °C, revolviam-se as leiras de compostagem com um compostador, implemento agrícola produzido pela empresa Civemasa - Implementos Agrícolas Ltda (Figura 3). As leiras permaneceram no pátio de compostagem por um período de 60 dias, sendo revolvidas a cada sete dias, com objetivo de manter a temperatura adequada. O controle da umidade foi realizado visando manter 40 %, para favorecer a atividade microbiana e a solubilização do concentrado apatítico.

As amostragens das leiras de compostagem foram realizadas em cinco épocas: 0 (dia de montagem), 15, 30, 45 e 60 dias (maturação). Em cada época de amostragem foram coletadas seis subamostras, utilizando pá do tipo “bico” e de aço carbono, em pontos equidistantes nas leiras para obtenção de uma amostra composta (Figura 3). As amostras coletadas foram mantidas sob refrigeração (3 °C).

Figura 3 - (a) Revolvimento das leiras; (b) Pátio de compostagem; (c) Amostras coletadas no pátio de compostagem da Usina São José da Estiva

3.1 Análises laboratoriais

Foram realizadas análises químicas e físicas para a caracterização de cada subproduto da indústria sucroenergética (torta de filtro e cinza de caldeira), mais o esterco de poedeira (Tabela 2), bem como da mistura destes utilizadas para gerar cada tratamento, obtidas pelas amostragens periódicas das leiras. A caracterização física consistiu na determinação do teor de água a 65 °C, no qual consistiu em pesar uma quantidade (g) da amostra ‘in natura’ em béquer, e secá-la em estufa com circulação forçada de ar a uma temperatura de 65 °C, por 16 h. Após esse período, as amostras foram retiradas da estufa e deixadas esfriar em dessecador antes de sua pesagem (ALCARDE, 2009).

Tabela 2 - Caracterização dos subprodutos da indústria sucroenergética (torta de filtro e cinza de caldeira), esterco de poedeira e concentrado apatítico, utilizados na composição dos tratamentos que foram submetidos à compostagem. Valores expressos para condição “in natura”, exceto para os teores de P_2O_5 (base seca, 65 °C)

Atributo	Torta de Filtro	Cinza de caldeira	Esterco de Poedeira	Concentrado apatítico de Araxá
Umidade (%)	68,3	40,1	23,2	6,6
pH $CaCl_2$	4,26	7,63	7,66	*
pH H_2O	4,39	8,46	8,06	*
CE ($mS\ cm^{-1}$)	2,670	0,299	9,228	0,673
MO (%)	18,6	4,5	25,2	*
RMT (%)	11,9	55,0	49,0	*
RMI (%)	7,9	49,9	18,7	*
RMS (%)	3,9	5,1	30,3	*
C Total (%)	10,4	2,5	14,0	*
N ($g\ kg^{-1}$)	4,70	0,90	18,26	*
P ($g\ kg^{-1}$)	2,83	2,24	23,55	*
K ($g\ kg^{-1}$)	0,59	3,83	12,12	*
Ca ($g\ kg^{-1}$)	3,89	3,53	74,00	*
Mg ($g\ kg^{-1}$)	0,61	1,72	4,69	*
S ($g\ kg^{-1}$)	0,37	0,21	3,55	*
Na ($g\ kg^{-1}$)	0,03	0,12	2,47	*
B ($mg\ kg^{-1}$)	1,65	29,87	30,40	*
Cu ($mg\ kg^{-1}$)	7,94	8,25	138,76	*
Co ($mg\ kg^{-1}$)	0,82	3,09	1,24	*
Fe ($g\ kg^{-1}$)	3,40	4,44	2,54	*
Mn ($mg\ kg^{-1}$)	199,70	250,27	335,92	*
Mo ($mg\ kg^{-1}$)	0,13	0,13	2,02	*
Ni ($mg\ kg^{-1}$)	2,67	4,41	3,46	*
Zn ($mg\ kg^{-1}$)	40,36	24,34	284,74	*
Al ($g\ kg^{-1}$)	7,69	5,99	3,69	*
Ba ($mg\ kg^{-1}$)	31,80	78,07	52,48	*
Cd ($mg\ kg^{-1}$)	0,02	0,06	0,06	*
Cr ($mg\ kg^{-1}$)	16,57	21,80	7,64	*
Pb ($mg\ kg^{-1}$)	1,96	1,40	7,41	*
$P_2O_5\ HCl$ (%)	1,14	0,58	3,89	4,95
$P_2O_5\ CNA$ (%)	1,11	0,23	3,20	1,92
P_2O_5 Total (%)	2,27	1,07	7,37	34,70

* atributos não determinados; CE: condutividade elétrica; MO: matéria orgânica; RMT: resíduo mineral total; RMI: resíduo mineral insolúvel; RMS: resíduo mineral solúvel; C Total: Carbono total; HCl (ácido cítrico) CNA: citrato neutro de amônio

Com a amostra ‘in natura’ foram realizadas as determinações químicas de pH em H_2O e $CaCl_2$ e de condutividade elétrica, conforme descrito em Alcarde (2009). Para a determinação do pH foram pesados 10 g da amostra e adicionados 50 ml de solução de $CaCl_2$ 0,01 mol L^{-1} e em outro conjunto de amostras foram adicionados 50 ml de H_2O deionizada. Os conjuntos de amostras foram agitados para homogeneização e deixados em repouso por 1h 30 min. Após esse período foram determinados o pH da suspensão. O mesmo conjunto de

amostras o qual foi adicionado H_2O , para determinação do pH, permaneceu em repouso por mais 24 h para determinação da condutividade elétrica.

Foram realizadas determinações do teor de matéria orgânica total (MO) e resíduo mineral insolúvel como descrito em Kiehl (1988). Tal método consiste em pesar 1 g da amostra em cápsula de porcelana e levar para estufa com circulação forçada de ar à temperatura de 110 °C, por quatro horas. Após esse período, a amostra é retirada de estufa, esfriada em dessecador e pesada. A segunda etapa consistiu em transferir as amostras para uma mufla e elevar a temperatura até atingir 550 °C, mantendo esta temperatura por 2 h. Após esse período as amostras são retiradas da mufla, e deixadas esfriar em dessecador antes de sua pesagem. O resíduo gerado após a queima na mufla é armazenado para utilização nas determinações de resíduo mineral solúvel e insolúvel. O teor de carbono total (Ct) é obtido dividindo-se o teor de MO pelo fator 1,8 (KIEHL, 1988).

Ainda nas análises químicas foram determinados os teores de macronutrientes (P, K, Ca, Mg e S), os de micronutrientes (B, Cu, Co, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn), de elemento benéfico (Na) e de elementos tóxicos (Al, Ba, Cd, Cr e Pb). Para a obtenção dos extratos foi feita digestão com HCl 1+1 em meio aquecido utilizando o resíduo previamente armazenado da determinação do teor de matéria orgânica total. Após digestão, as amostras foram filtradas utilizando filtro de faixa branca e transferidas para balão volumétrico, tendo seu volume aferido para 250 ml. Deste extrato foi armazenada uma alíquota de 50 ml para posterior determinação dos teores totais de macronutriente e micronutriente. Todas as determinações dos teores totais de macro e micronutrientes, com exceção do N, foram realizadas por espectrometria de emissão atômica (ICP-OES).

O teor de resíduo mineral insolúvel foi obtido transferindo-se o papel filtro utilizado na determinação dos teores totais de nutrientes para cápsula de porcelana, sendo esse conjunto levado para mufla, à temperatura de 800 °C. As amostras foram mantidas nessa temperatura por 2 horas, quando foram retiradas da mufla, esfriadas em dessecador, sendo posteriormente pesado.

A determinação do teor total de nitrogênio nas amostras foi feita a partir da digestão a 400 °C em solução de ácido sulfúrico concentrado na presença de sulfato de cobre. O nitrogênio foi obtido por destilação em solução de NaOH utilizando o H_3BO_3 2% como indicador e determinado por titulação com solução de H_2SO_4 0,0125 mol L^{-1} . Todas as determinações foram feitas em triplicatas.

Considerando a utilização do concentrado apatítico de Araxá, foram determinados os teores de P_2O_5 total, P_2O_5 em citrato neutro de amônio (CNA) e P_2O_5 em ácido cítrico (HCl), em todas as amostras, conforme metodologia descrita em Alcarde (2009).

3.2 Fracionamento de fósforo

Complementarmente, para cada subproduto da indústria sucroenergética (torta de filtro e cinza de caldeira) mais o esterco de poedeira bem como das misturas utilizadas para compor cada tratamento (Tabela 1) foi realizado o fracionamento de P, conforme proposto por Hedley, Stewart e Chauhan (1982) e adaptado por Frossard, Tekely e Grimal, (1994). Para isso, em 0,5 g de cada amostra coletada (seca em estufa a 65 °C) foram adicionados 10 ml de solução extratora, mantendo a proporção de 1:20 (composto:solução). Os extratores utilizados, em ordem sequencial, foram a água ultrapura (Extrator A), para extrair fósforo na forma inorgânica solúvel em água (Pi), 0,5 mol L⁻¹ de NaHCO₃ (pH = 8,5) (Extrator B), para extrair Pi e fósforo orgânico (Po), 0,1 mol L⁻¹ de NaOH (Extrator C), para extrair Pi e Po, 1 mol L⁻¹ de HCl (Extrator D), para extrair Pi, e 0,5 mol L⁻¹ de NaOH (Extrator E), para extrair Pi e Po, conforme apresentados na figura 4. Em cada etapa foi realizada agitação por 16 h, à temperatura constante de 25 °C, sendo as amostras posteriormente centrifugadas e o sobrenadante armazenado, para posterior determinação de P em cada uma das frações.

Figura 4 - Esquema do fracionamento do fósforo conforme proposto por Hedley (1982) e adaptado por Frossard, Tekely e Grimal, (1994)

Após essas extrações, o composto residual remanescente foi seco em estufa e submetido à digestão com $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{MgCl}_2$ (BROOKES; POWSON, 1981), para obtenção do fósforo residual (Pres). Nos extratos alcalinos (Extratos B, C e E) foi determinado o P total (Pt) por digestão com persulfato de amônio + ácido sulfúrico em autoclave (USEPA, 1971), sendo o P orgânico (Po) obtido pela diferença entre P total (Pt) e P inorgânico (Pi).

A determinação do P extraído por H_2O e HCl (Extratos A e D), além dos extratos obtidos na digestão com persulfato de amônio + ácido sulfúrico e na digestão com $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{MgCl}_2$, foi realizada segundo o método descrito por Murphy e Riley (1962); já o Pi dos extratores alcalinos de NaHCO_3 e NaOH ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$ e $0,5 \text{ mol L}^{-1}$), (Extratos B, C e E, respectivamente), foi determinado pelo método de Dick e Tabatabai (1977).

3.3 Experimento em casa de vegetação

Foi conduzido, em casa de vegetação, o cultivo de arroz com o objetivo de avaliar a disponibilidade de fósforo dos materiais coletados, oriundos dos subprodutos da indústria sucroenergética submetidos ao processo de compostagem (Tabela 1).

O experimento foi conduzido utilizando amostra de dois solos de texturas contrastantes, um arenoso e um argiloso, coletados nos municípios de São Pedro e Piracicaba - SP, respectivamente, na camada de 0,0 – 0,2 m, e cuja análise química indicou teor muito baixo de fósforo (Tabelas 3 e 4). Em função da análise química, foi realizada a calagem do solo de textura arenosa, utilizando CaCO_3 e MgCO_3 , na relação 3:1 com a finalidade de corrigir a acidez do solo e elevar a saturação por bases a 60%. O solo permaneceu incubado durante 60 dias em casa de vegetação, mantendo-se a umidade do solo próxima à capacidade de campo. Para o solo de textura argilosa não foi realizada a calagem, pois sua saturação por bases foi maior que 60%.

Tabela 3 - Análise granulométrica⁽¹⁾ das amostras dos solos⁽²⁾ utilizados no experimento em casa de vegetação

Solo	Areia	Silte	Argila	Classe de textura
	----- g kg ⁻¹ -----			
RQ	934	16	50	Arenosa
NVef	360	160	480	Argilosa

⁽¹⁾: Argila: < 2 μm ; silte: 2–50 μm ; areia: 50–2.000 μm . Método do densímetro (GEE; OR, 2002); ⁽²⁾: RQ: Neossolo Quartzarênico; NVef: Nitossolo Vermelho eutroférico

Tabela 4 - Resultados das análises químicas⁽¹⁾ das amostras dos solos⁽²⁾ utilizados no experimento em casa de vegetação

Solo	pH	P	S	K	Ca	Mg	Al	H+Al	SB ^(a)	CTC ^(b)	CTCe ^(c)	V ^(d)	m ^(e)
		mg dm ⁻³			-----mmol _c dm ⁻³ -----						-----%-----		
RQ	4,9	4,0	3,4	0,1	8,8	1,0	1,4	9,0	5,3	14,3	6,7	37,1	20,9
NVef	5,5	4,7	3,5	4,9	29,8	12,3	1,0	28,0	51,9	79,9	52,9	64,9	1,9

⁽¹⁾ pH medido em CaCl₂; P: extraído com Mehlich 1 (EMBRAPA, 2009); K, Ca, Mg: método da resina trocadora de íons (van RAIJ; QUAGGIO, 2001); S-SO₄: extraído com Ca(H₂PO₄)₂ e quantificado por turbidimetria em BaSO₄ (VITTI, 1989); Al: extraído em cloreto de potássio (CANTARELLA et al., 2001); H+Al: acidez total determinado com solução tampão SMP (QUAGGIO; RAIJ, 2001); ^(a)Soma de bases (SB) = K + Ca + Mg; ^(b)CTC ao pH 7,0 = SB + (H+Al); ^(c)CTC efetiva: CTCe = SB + Al; ^(d)Saturação por bases (V%) = SB x 100 / CTC; ^(e)Saturação por Alumínio (m%) = Al x 100 / CTCe; ⁽²⁾: RQ: Neossolo Quartzarênico; NVef: Nitossolo Vermelho eutroférico

Foram pesados 3 kg de amostra de solo e acondicionados em vasos plásticos, nos quais foram semeadas dez sementes de arroz, cultivar EPAGRI SCS117CL, de ciclo tardio. A semeadura foi realizada na segunda quinzena de outubro do ano de 2013. Após 15 dias, foi realizado o desbaste, permanecendo apenas quatro plantas por vaso. As plantas foram conduzidas durante 100 dias após o plantio, fase as quais atingiram o estágio de máximo desenvolvimento vegetativo (estágio fenológico V13).

O experimento foi conduzido com aplicação de dez tratamentos, sendo:

- C1* - composto com inoculante;
- C1 - composto sem inoculante;
- C2* - composto com inoculante + concentrado apatítico;
- C2 - composto sem inoculante + concentrado apatítico;
- C3* - composto com inoculante + esterco de poedeira;
- C3- composto sem inoculante + esterco de poedeira;
- C4* - composto com inoculante + concentrado apatítico + esterco de poedeira;
- C4 - composto sem inoculante + concentrado apatítico + esterco de poedeira;
- M - adubação exclusivamente mineral;
- Ctrl - tratamento controle.

Cada tratamento forneceu 200 mg kg⁻¹ de P, quantidade mais do que suficiente para experimento em casa de vegetação. Nos tratamentos com aplicação de composto, a complementação de nitrogênio (N), potássio (K), enxofre (S) e micronutrientes (B, Cu, Mn e Zn) foi feita na forma mineral, para que esses nutrientes não fossem limitantes ao desenvolvimento da cultura. Nos vasos que receberam adubação exclusivamente mineral (M), o P foi fornecido utilizando fosfato diamônico (NH₄H₂PO₄). Na adubação de cobertura, foram fornecidos 150 mg kg⁻¹ de N e K, na forma de ureia e cloreto de potássio, respectivamente, parceladas em três aplicações. Para os micronutrientes (B, Cu, Mn e Zn), foram adicionados

numa única aplicação de 50 ml por vaso de solução nutritiva de Sarruge (1975), nas concentrações de 1 mg kg⁻¹ para B e Cu, 5 mg kg⁻¹ de Mn e 3 mg kg⁻¹ de Zn.

O delineamento experimental utilizado foi inteiramente casualizado, com três repetições, totalizando 60 unidades experimentais (vasos cultivados com arroz). Os vasos foram mantidos diariamente com o solo em 70% da sua capacidade máxima de retenção de água (quando cessa a drenagem do solo saturado). O controle da umidade do solo foi realizado pesando-se cada vaso para a determinação das perdas por evapotranspiração, sendo adicionada água deionizada até recuperar 70 % da capacidade máxima de retenção de água.

Após a colheita da parte aérea do arroz, o material vegetal foi acondicionado em sacos de papel e secos em estufa a 65 °C por 72 h. Em seguida, o material foi pesado para determinação de massa seca (MS), e passados em moinho de aço inoxidável do tipo Willey. O material vegetal moído foi digerido em solução nitro-perclórica, para obtenção dos extratos que foram utilizados na determinação dos teores de P presentes na parte aérea planta por espectrofotômetro, conforme metodologia descrita em Malavolta, Vitti e Oliveira (1997).

3.4 Análises estatísticas

Os tratamentos experimentais aplicados no pátio de compostagem seguiram distribuição espacial de acordo com a possibilidade operacional das máquinas e implementos utilizados no processo de compostagem. O delineamento experimental seguiu esquema fatorial 5 x 4 x 2, sendo o primeiro fator época de coleta (0, 15, 30, 45 e 60 dias), o segundo, composição das leiras de compostagem (C1, C2, C3 e C4) e o terceiro, inoculante (com e sem aplicação). Em casa de vegetação, os tratamentos experimentais foram aplicados seguindo o delineamento inteiramente casualizado. Os dados de caracterização do composto organomineral, fracionamento de P e teores de P da parte aérea do arroz foram analisados estatisticamente aplicando-se o teste de Tukey quando o valor do teste F foi significativo. As diferenças estatísticas foram consideradas quando $p < 0,05$.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do composto

4.1.1 Umidade, pH e condutividade elétrica

Na tabela 5 são apresentados os resultados da análise de variância para os atributos pH em CaCl_2 , pH em H_2O , condutividade elétrica (CE) e umidade a 65 °C em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I). Os resultados mostram que os fatores E e C foram altamente significativos para os atributos avaliados, como ratificados pelos valores de $p < 0,001$, enquanto que o efeito do inoculante foi não significativo. Quanto às interações, o efeito da época em conjunto com a composição das leiras foi altamente significativo somente para a CE. Por outro lado, o efeito do inoculante pode ser observado na interação com a composição das leiras nos atributos pH (CaCl_2 e H_2O) e umidade a 65 °C.

Tabela 5 - Valores do teste 'F' e sua significância para os atributos pH em CaCl_2 , pH em H_2O , condutividade elétrica (CE) e umidade a 65 °C, para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I)

Fonte de variação	pH CaCl_2	pH H_2O	CE	Umidade a 65 °C
E	112,13 ***	101,14 ***	46,00 ***	95,34 ***
C	13,29 ***	9,97 ***	181,70 ***	7,71 ***
I	0,34 ns	0,01 ns	1,42 ns	0,07 ns
E x C	0,68 ns	0,78 ns	3,74 ***	0,52 ns
E x I	0,67 ns	0,71 ns	0,95 ns	0,41 ns
C x I	3,01 *	3,34 *	1,81 ns	2,88 *
E x C x I	0,71 ns	0,80 ns	0,39 ns	0,20 ns
CV %	7,6	8,4	15,0	13,2

***, * e ns: significância < 0,1%, < 5% e não significativo, respectivamente; CV: coeficiente de variação

Os valores médios de pH em H_2O e CaCl_2 0,01 mol L⁻¹ para cada tratamento, no decorrer do tempo de compostagem, encontram-se na Tabela 6. Em todos os tratamentos houve aumento do pH ao longo do período de maturação da leira (60 dias). A tendência de todos os tratamentos foi atingir valores de pH entre 7,5 e 8,0, o que é comumente esperado ao final do processo de compostagem (KIEHL, 2004). As composições das leiras C3 e C4 apresentaram valores mais altos de pH, fato que se deve, principalmente, à presença de esterco de poedeira que juntamente com a cinza de caldeira foram os materiais mais alcalinos avaliados (Tabela 2).

Apesar das tentativas de manter a umidade das leiras em torno de 40 %, como sugerido por Kiehl (2004), as irrigações aplicadas semanalmente não foram suficientes, pois, ao final do processo de compostagem, ocorreram valores de umidade próximos de 30 % a partir do 45º dia, devido à secagem natural das leiras de compostagem (Tabela 6). Para valores de umidade abaixo de 40 % ocorre predominância da decomposição por fungos e as bactérias tornam-se pouco ativas (KIEHL, 2004), o que pode afetar o desempenho do inoculante (bactérias *Pseudomonas* e *Bacillus*) adicionado às leiras de compostagem. Quanto à composição das leiras de compostagem, de modo geral, a umidade média foi maior na C1, o que é justificado pela sua localização na parte superior do terreno (Figura 2).

Tabela 6 - Valores médios de pH em CaCl₂, pH em H₂O, de condutividade elétrica (CE) e umidade a 65 °C, para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I)

Tratamento	pH CaCl ₂	pH H ₂ O	CE mS cm ⁻¹	Umidade a 65 °C %
E				
0	5,0 E	5,2 E	3,439 C	54,8 A
15	6,2 D	6,4 D	4,743 A	48,9 B
30	6,9 C	7,0 C	4,710 A	39,7 C
45	7,4 B	7,7 B	3,986 B	29,7 D
60	7,8 A	8,3 A	2,846 D	31,9 D
C				
C1	6,3 C	6,5 C	2,696 B	45,0 A
C2	6,6 BC	6,8 BC	2,681 B	39,4 B
C3	6,8 AB	7,0 AB	5,365 A	40,7 B
C4	7,1 A	7,3 A	5,038 A	39,0 B
I				
s/ inoc	6,7 A	6,9 A	3,881 A	40,9 A
c/ inoc	6,6 A	6,9 A	4,009 A	41,1 A
DMS (a)	0,41	0,47	0,48	4,36
DMS (b)	0,34	0,39	0,40	3,67
DMS (c)	0,18	0,21	0,22	1,97

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$)

Ao analisar os valores da CE, as composições das leiras C3 e C4 diferem das demais (Tabela 6) por apresentarem esterco de poedeira, cuja caracterização revelou valor igual a 9,228 mS cm⁻¹ (Tabela 2). Além disso, não houve efeito significativo da presença do inoculante na composição das leiras para nenhum dos atributos apresentados na tabela 6.

A análise de variância mostrou efeito significativo da interação composição da leira de compostagem e inoculante (Tabela 5). Portanto, no desdobramento dessa interação, somente os valores de pH, tanto em CaCl_2 como em H_2O , nas leiras de compostagem que continham inoculante apresentaram diferenças entre si, como verificado para as composições C1 (torta + cinza) e C4 (torta + cinza + concentrado apatítico + esterco de poedeira) (Tabela 7).

Tabela 7 - Valores médios de pH em CaCl_2 , pH em H_2O e umidade a 65 °C para o desdobramento da interação entre a composição das leiras e inoculante

Composição da leira	pH CaCl_2		pH H_2O		Umidade (%)	
	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc
C1	6,5 Aa	6,0 Ba	6,8 Aa	6,2 Ba	44,5 Aa	45,5 Aa
C2	6,5 Aa	6,6 ABa	6,8 Aa	6,9 ABa	39,4 Aa	39,5 Aa
C3	6,7 Aa	6,8 ABa	6,9 Aa	7,0 ABa	38,6 Aa	42,7 Aa
C4	7,0 Aa	7,2 Aa	7,2 Aa	7,5 Aa	41,0 Aa	36,9 Aa

Letras minúsculas, na linha, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos fixando-se o efeito do inoculante e da época de coleta. Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira. s/ inoc, sem inoculante; c/ inoc, com inoculante

Mesmo apresentando interação significativa ($p < 0,05$) na análise de variância da umidade do composto (Tabela 5), ao realizar o desdobramento da interação composição da leira de compostagem x inoculante (Tabela 7), foram encontradas diferenças entre as médias apenas quando $p = 0,15$. Também não foi observado nenhum efeito do inoculante na composição das leiras para os atributos considerados.

Houve interação significativa na época de coleta e na composição das leiras para a condutividade elétrica das amostras (Tabela 5). Essa interação é mostrada na forma gráfica (Figura 5), cuja análise de regressão revelou que os modelos ajustados foram altamente significativos ($p < 0,001$). Observa-se que a CE diminuiu ao final do período de avaliação. A condutividade elétrica está relacionada com a atividade iônica do meio, e tende a diminuir à medida que o composto atinge o seu estado de maturação (KIEHL, 2004) devido, principalmente, à decomposição de ácidos orgânicos e não à lixiviação de sais ao longo do tempo (KIEHL, 2004, apud AVENIMELECH et al., 1996). Contudo, o efeito da composição das leiras ao longo do tempo também permitiu identificar dois comportamentos distintos: $\text{C3} \approx \text{C4} > \text{C1} \approx \text{C2}$.

Figura 5 - Efeito da interação entre a época de coleta das amostras e a composição das leiras de compostagem na condutividade elétrica (CE). ***: significância < 0,1%

4.1.2 Teor de matéria orgânica total e resíduo mineral

Na tabela 8 estão apresentados os valores da análise da variância para os atributos matéria orgânica (MO), resíduo mineral total (RMT), resíduo mineral insolúvel (RMI), resíduo mineral solúvel (RMS) e carbono total (Ct) em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I). Os resultados mostram que os fatores E e C foram significativos para os atributos avaliados, exceto para RMI ($p > 0,05$). A interação E x C e E x I foi não significativa para todos os atributos avaliados. O efeito do inoculante foi não significativo para os atributos avaliados, mas houve interação significativa ($p < 0,05$) deste com a composição das leiras para MO, RMT, RMI e Ct.

Tabela 8 - Valores do teste 'F' e sua significância para os atributos matéria orgânica (MO), resíduo mineral total (RMT), resíduo mineral insolúvel (RMI), resíduo mineral solúvel (RMS) e carbono total (Ct) das leiras de compostagem

Fonte de variação	MO	% RMT	% RMI	% RMS	% Ct
E	3,50 *	40,76 ***	22,24 ***	54,89 ***	3,50 *
C	2,82 *	6,95 ***	2,30 ns	64,13 ***	2,82 *
I	1,44 ns	0,43 ns	0,32 ns	0,09 ns	1,44 ns
E x C	0,38 ns	0,32 ns	0,25 ns	0,76 ns	0,38 ns
E x I	0,30 ns	0,32 ns	0,26 ns	0,96 ns	0,30 ns
C x I	3,15 *	3,42 *	2,95 *	1,50 ns	3,15 *
E x C x I	0,49 ns	0,19 ns	0,19 ns	0,19 ns	0,49 ns
CV %	17,0	18,8	25,9	15,5	17,0

***, **, * e ns: significância < 0,1%, < 1%, < 5% e não significativo respectivamente; E: época de coleta; C: composição da leira de compostagem; I: inoculante; CV: coeficiente de variação

Na tabela 9 são apresentados os valores médios dos atributos MO, RMT, RMI, RMS e Ct. Para todos os atributos houve efeito da época de coleta, indicando aumento dos valores

proporcionais ao tempo de maturação das leiras no pátio de compostagem, principalmente para os atributos RMT, RMI e RMS, ocasionado pelo processo natural de mineralização da matéria orgânica pela ação dos microorganismos; são nessas frações que se encontram os nutrientes assimiláveis pelas plantas. O RMT, que é a soma das frações RMI e do RMS, praticamente dobrou durante o período de maturação, passando de 28, no dia de montagem das leiras, para 51% aos 60 dias. Teores com magnitudes menores são desejáveis para a RMI haja vista sua constituição apresentar terra e partículas inorgânicas insolúveis, as quais causam depreciação no produto. Entretanto, ainda não tem sido estabelecido valor de referência de RMI, mas somente que seus teores recomendáveis sejam os mais baixos possíveis. Embora tenha ocorrido aumento nos teores de RMI, isso pode ser decorrente da formação de sais insolúveis em pH alcalino (Tabela 6) e também a utilização do extrator HCl 1 + 1, utilizado para obter a fração RMS, pode não ter sido eficiente. A fração RMS representa os sais minerais solúveis, e seus teores aumentaram gradativamente ao longo do tempo, o que é desejável ao final do processo de compostagem.

Tabela 9 - Valores médios de matéria orgânica (MO), resíduo mineral total (RMT), resíduo mineral insolúvel (RMI), resíduo mineral solúvel (RMS) e carbono total (Ct), para as épocas de coleta (E), composição de leira (C) e inoculante (I). Valores expressos para condição “in natura”

Descrição	MO	RMT	RMI	RMS	Ct
	----- % -----				
E					
0	16,20 B	28,03 C	20,82 C	7,22 D	9,00 B
15	16,15 B	33,86 C	25,01 BC	8,89 C	8,97 B
30	17,52 AB	41,33 B	30,60 B	10,74 B	9,73 AB
45	18,53 A	50,38 A	37,42 A	12,96 A	10,29 A
60	16,03 B	50,79 A	38,08 A	12,71 A	8,91 B
C					
C1	18,10 A	35,54 B	27,97 A	7,57 C	10,05 A
C2	16,05 B	43,39 A	33,26 A	10,15 B	8,92 B
C3	16,91 AB	41,20 A	30,29 A	10,92 B	9,40 AB
C4	16,49 AB	43,38 A	30,02 A	13,37 A	9,16 AB
I					
s/ inoc	16,57 A	41,34 A	30,79 A	10,55 A	9,21 A
c/ inoc	17,20 A	40,42 A	29,98 A	10,46 A	9,56 A
DMS (E)	2,32	6,21	6,34	1,32	1,29
DMS (C)	1,95	5,22	5,33	1,11	1,08
DMS (I)	1,04	2,80	2,86	0,59	0,58

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$).

O efeito da composição das leiras de compostagem sobre os atributos MO e Ct mostra diferença entre os teores nas composições C1 (torta + cinza) e C2 (torta + cinza + concentrado apatítico), tal diferença pode ser atribuída à presença do concentrado apatítico na composição C2, sendo produto de origem mineral, fez com que houvesse efeito de diluição do aporte orgânico da composição. Outro efeito da composição das leiras de compostagem é a maior quantidade de RMS naquela de composição C4 comparada às demais, principalmente em relação à C1. Entre essas duas composições (C1 e C4) é possível observar quase o dobro da quantidade de sais solúveis, ocasionado pela adição do esterco de poedeira na composição C4, o que gerou aporte maior de minerais solúveis, os quais podem suprir mais eficientemente a demanda de nutrientes pelas plantas (KIEHL, 2004).

O efeito do inoculante (bactérias do gênero *Pseudomonas* e *Bacillus*) foi encontrado nas composições C3 (torta + cinza + esterco de poedeira) e C4 (torta + cinza + concentrado apatítico + esterco de poedeira) para os atributos MO e Ct. Para a composição C3, os teores de MO foram maiores quando o inoculante foi adicionado, sendo caracterizado pela menor mineralização de MO, ratificada por valor menor de RMT (Tabela 10). Por outro lado, na composição C4, sem a presença de inoculante, a porcentagem de MO e, conseqüentemente, a de Ct foram maiores enquanto que a RMT diferiu apenas quando $p = 0,12$, haja vista a sua maior variabilidade dos dados. Ademais, considerando todas as composições da leira de compostagem que receberam inoculante, à medida que a intensidade de mineralização da MO foi maior, concomitantemente, houve aumentos da geração de resíduos minerais (RMT).

Tabela 10 – Valores médios de matéria orgânica (MO), resíduo mineral total (RMT), resíduo mineral insolúvel (RMI) e carbono total (Ct) para o desdobramento da interação entre a composição da leira de compostagem e o inoculante.

Composição da leira	MO		RMT		RMI		Ct	
	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc
	----- % -----							
C1	17,41 Aa	18,78 Aa	36,63 Aa	34,44 Ba	28,50 Aa	27,44 Aa	9,67 Aa	10,44 Aa
C2	15,82 Aa	16,28 ABa	43,61 Aa	43,17 ABa	33,48 Aa	33,04 Aa	8,79 Aa	9,04 Aa
C3	15,64 Ab	18,18 ABa	44,61 Aa	37,79 ABb	33,74 Aa	26,84 Ab	8,69 Ab	10,10 Aa
C4	17,41 Aa	15,56 Bb	40,50 Aa	46,26 Aa	27,44 Aa	32,60 Aa	9,67 Aa	8,64 Ab

Letras minúsculas, na linha, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos fixando-se o efeito do inoculante e da época de coleta. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira. s/ inoc: sem inoculante. c/ inoc: com inoculante

4.1.3 Teores totais de macro, micronutrientes, elementos benéficos e tóxicos

4.1.3.1 Teores de macronutrientes e elementos benéficos

Na tabela 11 são apresentados os valores da análise da variância para os teores totais de macronutrientes, nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg), enxofre (S), e o teor total do elemento considerado benéfico para as plantas, sódio (Na), em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I). Os resultados mostram que os fatores E e C foram altamente significativos para os atributos apresentadas ($p < 0,001$), exceto para N ($p > 0,05$). O efeito do inoculante (I) foi significativo apenas para o P. A interação E x C foi significativa apenas para o teor de Na, enquanto que a C x I foi significativa para apenas para o Mg.

Tabela 11 - Valores do teste 'F' e significância para os atributos macronutrientes (N, P, K, Ca, Mg e S) e o elemento benéfico (Na) presentes nas leiras de compostagem

Fonte de variação	N	P	K	Ca	Mg	S	Na
E	6,72 ***	48,00 ***	28,98 ***	30,95 ***	25,01 ***	12,10 ***	17,61 ***
C	2,52 ns	96,23 ***	54,90 ***	118,5 ***	21,64 ***	30,04 ***	210,2 ***
I	1,43 ns	19,62 ***	0,02 ns	0,62 ns	0,73 ns	0,55 ns	3,34 ns
E x C	0,81 ns	1,85 ns	0,80 ns	0,98 ns	0,67 ns	0,35 ns	2,08 *
E x I	1,29 ns	0,94 ns	1,30 ns	1,38 ns	1,05 ns	0,42 ns	1,29 ns
C x I	1,23 ns	0,03 ns	2,43 ns	0,57 ns	4,65 **	0,21 ns	1,24 ns
E x C x I	0,44 ns	0,42 ns	0,32 ns	0,43 ns	0,65 ns	0,27 ns	0,57 ns
CV %	21,9	17,4	22,4	21,3	21,9	31,6	26,7

***, **, * e ns: significância $< 0,1\%$, $< 1\%$, $< 5\%$ e não significativo, respectivamente; E: época de coleta; C: composição da leira; I: inoculante; CV: coeficiente de variação

Ao analisar as épocas de coleta (0, 15, 30, 45 e 60 dias) os teores médios de todos os macronutrientes e do Na tiveram incremento de suas concentrações, à medida que aumentou o período de maturação das leiras de compostagem (Tabela 12). Para os elementos P, K, Ca e Na as maiores concentrações foram encontradas aos 45 dias do início da compostagem; depois desta, os teores sofreram decréscimo. Os elementos P e Ca podem ter formado sais pouco solúveis, dadas as condições eletroquímicas, como pH próximos de 8 (Tabela 6). Por outro lado, esses elementos P e Ca, além do K e Na podem ter sido perdidos por lixiviação.

A composição das leiras de compostagem teve efeito sobre o teor total dos nutrientes, sendo possível inferir sobre a contribuição de cada componente (torta, cinza, concentrado apatítico e esterco de poedeira) das leiras de compostagem no teor de nutriente. Ao analisar os teores de N em cada composição, apenas a C2 difere da C4, na qual a contribuição do esterco

de poedeira foi expressiva. Na composição C2, pode ter ocorrido efeito de diluição do teor de N, devido à presença do concentrado apatítico (Tabela 12).

Tabela 12 - Valores médios de macronutrientes e elemento benéfico (Na) presentes nas leiras de compostagem para as épocas de coleta (E), composição de leira (C) e inoculante (I). Valores expressos para condição “in natura”

Descrição	N	P	K	Ca	Mg	S	Na
----- g kg ⁻¹ -----							
E							
0	4,95 B	6,63 C	2,53 D	13,05 C	1,48 D	0,85 B	0,27 D
15	5,02 B	5,45 D	3,23 C	15,14 C	1,62 CD	0,84 B	0,32 CD
30	5,71 AB	7,67 BC	4,15 B	19,24 B	1,83 BC	1,07 AB	0,40 B
45	6,34 A	10,64 A	4,92 A	24,51 A	2,11 B	1,34 A	0,49 A
60	6,23 A	8,20 B	3,61 BC	18,62 B	2,56 A	1,32 A	0,37 BC
C							
C1	5,64 AB	4,60 C	2,85 B	8,91 D	1,53 B	0,73 B	0,14 B
C2	5,17 B	7,90 B	2,60 B	15,44 C	1,71 B	0,86 B	0,15 B
C3	5,75 AB	7,71 B	4,56 A	21,37 B	2,25 A	1,43 A	0,58 A
C4	6,04 A	10,67 A	4,74 A	26,73 A	2,21 A	1,32 A	0,61 A
I							
s/ inoc	5,52 A	8,28 A	3,67 A	18,39 A	1,89 A	1,11 A	0,39 A
c/ inoc	5,79 A	7,16 B	3,70 A	17,83 A	1,96 A	1,06 A	0,35 A
DMS (E)	1,00	1,09	0,67	3,11	0,34	0,28	0,09
DMS (C)	0,84	0,91	0,56	2,62	0,28	0,23	0,07
DMS (I)	0,45	0,49	0,30	1,40	0,15	0,12	0,04

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$)

O efeito da presença de esterco de poedeira na composição das leiras de compostagem também contribuiu para maiores teores de K, Mg, S e Na nas leiras C3 e C4, comparativamente as leiras C1 e C2. Os teores encontrados desses nutrientes foram maiores no esterco de poedeira em relação à torta de filtro e a cinza de caldeira (Tabela 2). Apesar do esterco de poedeira apresentar teores elevados de P (23,6 g kg⁻¹) e Ca (74,0 g kg⁻¹), a presença do concentrado apatítico também teve influência nos teores totais de P e Ca nas composições de todas as leiras de compostagem (Tabela 12).

4.1.3.2 Teores de micronutrientes

Na tabela 13 é apresentada a análise da variância para os teores totais de micronutrientes, boro (B), cobalto (Co), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), molibdênio (Mo), níquel (Ni) e zinco (Zn), em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I). Os resultados mostraram que o fator E foi

altamente significativo para todos os micronutrientes ($p < 0,001$), exceto para o B ($p > 0,05$). O efeito da C foi significativo para os micronutrientes B, Co, Cu, Fe, Ni e Zn, enquanto que o inoculante afetou os teores de Cu e de Zn. Já a interação E x C foi significativa apenas para o Cu, e a C x I foi significativa para o Cu, Fe, Mn e Zn.

Tabela 13 - Valores do teste 'F' e sua significância para os micronutrientes (B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn) extraídos de leiras de compostagem

Fonte de variação	B	Co	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Zn
E	0,16 ns	31,95 ***	39,01 ***	30,75 ***	124,42 ***	18,61 ***	24,08 ***	42,75 ***
C	5,30 **	4,98 **	185,64 ***	3,51 *	0,71 ns	2,64 ns	2,81 *	108,96 ***
I	0,61 ns	1,06 ns	13,45 ***	3,24 ns	0,79 ns	0,08 ns	2,02 ns	7,00 **
E x C	0,78 ns	0,42 ns	1,96 *	0,54 ns	0,95 ns	1,22 ns	0,69 ns	1,03 ns
E x I	0,33 ns	0,98 ns	1,86 ns	0,87 ns	2,29 ns	0,28 ns	0,61 ns	0,73 ns
C x I	0,36 ns	2,14 ns	3,54 *	4,15 **	5,88 **	1,18 ns	1,41 ns	2,22 **
E x C x I	0,47 ns	0,33 ns	0,49 ns	0,49 ns	0,34 ns	1,94 *	0,77 ns	0,49 ns
CV %	54,5	19,7	17,8	15,6	12,1	74,4	19,1	16,2

***, **, * e ns: significância $< 0,1\%$, $< 1\%$, $< 5\%$ e não significativo, respectivamente; E: época de coleta; C: composição da leira de compostagem; I: inoculante; CV: coeficiente de variação

Houve apenas uma ocorrência de interação tripla (E x C x I) quanto aos elementos químicos apresentados até o momento, no caso, o Mo (Tabela 13). Entretanto, não foi realizado o desdobramento dessa interação por se considerar bastante elevado o coeficiente de variação (CV = 74,4 %). Também foi observado CV alto para o B. Nesse caso, no presente estudo, as amostras foram previamente incineradas e seus extratos analisados no ICP-OES, o qual permite obter simultaneamente os teores de vários nutrientes, dentre esses, o B. Entretanto, para a análise desse nutriente, o método de incineração prévia da MO não é indicado, o que pode ter ocasionado valores mais altos de CV.

Todos os micronutrientes, exceto o B, apresentaram incremento nos teores com o tempo de permanência das leiras no pátio de compostagem (Tabela 14). Para os micronutrientes Cu e Mn as maiores concentrações foram encontradas aos 45 dias do início da compostagem, após esta, os teores sofreram decréscimos. A solubilidade das formas catiônicas do Cu e do Mn diminuíram em condições de pH entre 7 e 8 (KABATA-PENDIAS, 2000), assim, nas condições de pH das leiras de compostagem aos 60 dias (Tabela 2) podem ter sido formados compostos de sais pouco solúveis, ou mesmo, perdido por formação de complexos de esfera interna com a matéria orgânica.

A contribuição das matérias-primas (subprodutos da indústria sucroenergética), concentrado apatítico e do esterco de poedeira na composição das leiras de compostagem apresentou efeitos significativos nos teores dos micronutrientes. Os teores de Co e de Fe

apresentaram valores médios maiores nas composições C1 e C2, provavelmente pela presença da torta de filtro e da cinza de caldeira (Tabela 2). Outros autores também encontraram valores elevados de Fe para a torta de filtro, como Luz e Vitti (2008). Para o Cu e o Zn, seus maiores teores foram encontrados nas composições C3 e C4, as quais continham esterco de poedeira, cuja caracterização química revelou teores de 138,8 e 284,7 mg kg⁻¹ de Cu e Zn, respectivamente.

Tabela 14 - Valores médios de micronutrientes presentes nas leiras de compostagem para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I). Valores expressos para condição “in natura”

Descrição	B	Co	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Zn
	----- mg kg ⁻¹ -----			-- g kg ⁻¹ --	----- mg kg ⁻¹ -----			
E								
0	15,35 A	1,55 D	17,59 D	4,77 C	211,7 D	0,29 B	4,10 C	49,42 C
15	15,95 A	1,96 C	21,62 C	5,02 BC	271,2 C	0,38 B	4,49 C	50,75 C
30	14,48 A	2,43 B	27,01 B	5,67 B	366,7 B	0,44 B	5,43 B	55,08 C
45	16,18 A	2,83 A	32,48 A	6,55 A	445,2 A	1,27 A	6,51 A	64,43 B
60	15,09 A	2,61 AB	24,79 BC	7,23 A	372,6 B	1,13 A	6,04 AB	80,92 A
C								
C1	12,59 B	2,27 A	16,05 B	6,08 A	340,7 A	0,48 A	5,38 A	46,88 B
C2	13,61 B	2,51 AB	14,43 B	6,09 A	329,4 A	0,72 A	5,54 A	41,40 B
C3	20,50 A	2,07 B	33,64 A	5,43 B	327,3 A	0,83 A	4,86 A	76,87 A
C4	14,95 AB	2,26 AB	34,66 A	5,79 AB	336,6 A	0,78 A	5,47 A	75,34 A
I								
s/ inoc	16,01 A	2,24 A	23,22 B	5,70 A	330,2 A	0,72 A	5,18 A	57,76 B
c/ inoc	14,81 A	2,32 A	26,17 A	6,00 A	336,8 A	0,69 A	5,44 A	62,48 A
DMS (E)	6,77	0,36	3,55	0,74	32,55	0,42	0,82	7,86
DMS (C)	5,69	0,30	2,98	0,62	27,37	0,35	0,69	6,61
DMS (I)	3,05	0,16	1,60	0,33	14,68	0,19	0,37	3,55

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$)

Para os teores de micronutrientes Mn, Mo e Ni não houve diferença entre as composições das leiras de compostagem (Tabela 14). Portanto, os teores desses elementos nas matérias-primas não foram suficientes para ocasionarem alterações significativas nas composições. Por outro lado, de modo geral, a presença do inoculante provocou diferenças significativas apenas nos teores de Cu e Zn.

4.1.3.3 Elementos tóxicos

Os resultados da análise de variância para teores de elementos tóxicos em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I) são apresentados na tabela 15. Os resultados mostram que os fatores E e C foram significativos para os elementos avaliados enquanto que o efeito do inoculante foi significativo apenas para o Al e o Cd. Quanto às interações, o efeito da época em conjunto com a composição das leiras foi altamente significativo ($p < 0,001$) somente para o Ba. Por outro lado, a interação da composição da leira de compostagem com o inoculante foi significativa para todos os elementos tóxicos.

Tabela 15 - Valores do teste 'F' e sua significância para os elementos tóxicos (Al, Ba, Cd, Cr e Pb)

Fonte de variação	Al	Ba	Cd	Cr	Pb
E	29,24 ***	36,54 ***	9,23 ***	66,84 ***	14,67 ***
C	2,90 *	175,25 ***	4,73 **	6,46 ***	5,76 **
I	5,30 *	3,70 ns	13,79 ***	3,4 ns	1,36 ns
E x C	0,75 ns	3,63 ***	0,25 ns	1,43 ns	0,92 ns
E x I	0,57 ns	0,85 ns	0,22 ns	0,84 ns	0,94 ns
C x I	4,78 **	6,37 ***	10,19 ***	7,17 ***	2,90 *
E x C x I	0,31 ns	0,52 ns	0,35 ns	0,52 ns	0,60 ns
CV %	18,4	20,7	57,5	15,4	33,6

***, **, * e ns: Significância $< 0,1\%$, $< 1\%$, $< 5\%$ e não significativo, respectivamente; E: época de coleta; C: composição da leira; I: inoculante; CV: coeficiente de variação

Todos os elementos tóxicos tiveram incremento nos seus teores médios com o tempo de maturação das leiras no pátio de compostagem (Tabela 16), sendo que os valores máximos ocorreram aos 45 dias. Após esse período, ocorreram quedas nos teores de Ba e Cr, provavelmente, provocados pelo aumento do $pH > 7,5$ (Tabela 6) com concomitante formação de complexos, ou perdidos por lixiviação. Conforme a USEPA (2005), condições mais alcalinas diminuem a disponibilidade dos elementos tóxicos (Ba e Cr), os quais tendem a sair da solução e precipitar na forma de sais.

Tabela 16 - Valores médios para elementos tóxicos presentes nas leiras de compostagem para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I). Valores expressos para condição “in natura”

Descrição	Al	Ba	Cd	Cr	Pb
	----- mg kg ⁻¹ -----				
E					
0	8,73 C	108,72 D	0,05 C	18,11 D	2,15 B
15	9,77 C	137,89 C	0,08 BC	22,63 C	2,41 B
30	12,02 B	179,25 B	0,11 AB	29,30 B	2,86 B
45	14,48 A	217,42 A	0,15 A	36,21 A	3,95 A
60	13,09 AB	165,62 B	0,12 AB	29,27 B	3,73 A
C					
C1	12,61 A	87,41 B	0,12 AB	29,56 A	2,64 B
C2	11,39 A	243,85 A	0,08 B	27,65 AB	3,07 AB
C3	11,22 A	97,60 B	0,13 A	26,04 B	2,73 B
C4	11,25 A	218,26 A	0,09 B	25,17 B	3,62 A
I					
s/ inoc	11,17 B	167,65 A	0,12 A	27,80 A	2,91 A
c/ inoc	12,07 A	155,91 A	0,08 B	26,40 A	3,13 A
DMS (E)	1,72	26,93	0,05	3,36	0,82
DMS (C)	1,45	22,64	0,04	2,82	0,69
DMS (I)	0,78	12,14	0,02	1,51	0,37

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$)

Apesar de não ter sido quantificado os teores de elementos químicos do concentrado apatítico de Araxá, é notada a sua contribuição para o alto teor de Ba presente nas leiras de compostagem C2 e C4. Os teores médios (‘in natura’) desse elemento passam de aproximadamente 90 mg kg⁻¹ nas composições sem a presença do concentrado apatítico (C1 e C3) para mais de 200 mg kg⁻¹ na C2 e na C4. Entretanto, não há valor máximo admitido para contaminantes em fertilizantes orgânicos e organominerais para o Ba na Instrução Normativa (IN) nº 27 (BRASIL, 2006). Então, tomando-se como base a Resolução nº 375, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA (2006), que permite concentração máxima de Ba de 1300 mg kg⁻¹ (em base seca) para aplicação de lodo de esgoto, nota-se que, no presente estudo, os teores de Ba foram 158,89, 399,70, 164,29 e 357,29, mg kg⁻¹ (base seca), para as composições C1, C2, C3 e C4, respectivamente, sendo inferiores ao valor máximo estabelecido pela referida Resolução.

Para os teores de Cd, Cr e Pb nas composições das leiras de compostagem os valores médios foram menores que os máximos permitidos em fertilizantes orgânicos e organominerais, mencionados na IN nº 27, que são de 3,0 mg kg⁻¹ de Cd, 200,0 mg kg⁻¹ de Cr

e 150,0 mg kg⁻¹ de Pb (BRASIL, 2006). Portanto, isso indica que a combinação das matérias-primas utilizadas na composição das leiras de compostagem resultou num produto com baixo potencial poluidor.

4.1.3.4 Desdobramento da interação composição x inoculante e época x composição

Ao analisar a interação entre o inoculante e a composição das leiras de compostagem foram observadas diferenças significativas pontuais, as quais não sinalizam tendência específica. O inoculante apresentou efeito positivo nos teores de Mg, Cu e Ba para composição C3, e nos teores de Fe e Al para composição C2 (Tabela 17). O efeito mais marcante da presença do inoculante foi observado para os teores de Cd, sendo que as composições com inoculantes apresentaram teores menores e não diferiram entre si. Ademais, mesmo sendo significativo ($p < 0,05$) na análise de variância do Mn (Tabela 13), ao realizar o desdobramento da interação composição da leira de compostagem x inoculante (Tabela 17), foram encontradas diferenças entre as médias apenas quando $p < 0,10$.

Tabela 17 - Valores médios de macronutrientes (Mg), micronutrientes (Fe, Cu, Mn e Zn) e elementos tóxicos (Al, Ba, Cd, Cr e Pb) para o desdobramento da interação entre a composição da leira e o inoculante

Composição da leira	Mg		Fe		Cu		Mn		Zn	
	-----g kg ⁻¹ -----				-----mg kg ⁻¹ -----					
	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc	s/ inoc	c/ inoc
	C1	1,55 Ba	1,52 Ba	6,37 Aa	5,79 Aa	16,1 Ba	16,0 Ba	363,7 Aa	317,6 Aa	44,8 Ba
C2	1,80 ABa	1,61 Ba	5,61 Ab	6,57 Aa	13,9 Ba	14,9 Ba	321,8 Aa	337,0 Aa	40,5 Ba	42,3 Ba
C3	1,97 ABb	2,52 Aa	5,45 Aa	5,49 Aa	30,4 Ab	36,9 Aa	311,0 Aa	343,5 Aa	70,7 Aa	83,0 Aa
C4	2,24 Aa	2,12 Aa	5,36 Aa	6,13 Aa	32,5 Aa	36,9 Aa	324,2 Aa	348,9 Aa	75,1 Aa	75,6 Aa
	Al		Ba		Cd		Cr		Pb	
	-----mg kg ⁻¹ -----									
C1	13,1 Aa	12,1 Aa	87,6 Ba	87,2 Ba	0,17 Aa	0,07 Ab	31,9 Aa	27,20 Aa	2,75 Aa	2,54 Ba
C2	10,3 ABb	12,4 Aa	268,9 Aa	218,9 Aa	0,07 Ba	0,09 Aa	27,4 ABa	27,9 Aa	3,05 Aa	3,10 ABa
C3	11,2 ABa	11,2 Aa	86,2 Bb	109,0 Ba	0,18 Aa	0,08 Ab	28,5 ABa	23,6 Ab	2,79 Aa	2,67 Ba
C4	9,98 Bb	12,5 Aa	228,0 Aa	208,6 Aa	0,07 Ba	0,10 Aa	23,5 Ba	26,9 Aa	3,05 Aa	4,20 Aa

Letras minúsculas, na linha, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos fixando-se o efeito do inoculante e da época de coleta. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira. s/ inoc: sem inoculante. c/ inoc: com inoculante

Novamente foi possível observar a influência das matérias-primas (Tabela 2), utilizadas na elaboração da composição das leiras de compostagem, sobre os teores de Cu e Zn, os quais foram maiores nas composições em que o esterco de poedeira foi utilizado (C3 e C4), e os teores de Ba, maiores naquelas onde foi aplicado o concentrado apatítico (C2 e C4) (Tabela 17). Por outro lado, ao analisar os teores de Cd, nas composições onde o concentrado apatítico foi aplicado, os valores foram menores comparados aos das composições C1 e C3

(sem concentrado apatítico). Assim, embora os fertilizantes fosfatados sejam fontes importantes de incremento de Cd nos solos, os fosfatos também podem imobilizar o Cd (KABATA-PENDIAS, 2000), o que pode ser constatado pelos teores menores desse elemento observados nas composições C2 e C4.

Houve interação significativa entre a época de coleta e a composição das leiras de compostagem para o elemento benéfico (Na), para o micronutriente (Cu) e para o elemento tóxico (Ba) (Tabelas 11, 13 e 15). Essa interação é mostrada na forma gráfica (Figura 6), cuja análise de regressão revelou que os modelos ajustados foram significativos ($p < 0,01$), exceto para o elemento Na na composição C1, cujo ajuste foi não significativo.

Figura 6 - Efeito da interação entre a época de coleta das amostras e composição das leiras para os elementos Na, Cu e Ba. ***, ** e ns: Significância < 0,1%, < 1% e não significativo, respectivamente

Os teores de Na, Cu e Ba diminuíram ao final do período de compostagem (Figura 6), provavelmente ocasionado por perdas por lixiviação (Na) ou por precipitação na forma de sais insolúveis (Cu e Ba), decorrentes do aumento do pH ao longo do período de compostagem (Tabela 6). Essa diminuição dos teores desses elementos foi mais evidente, principalmente, nas composições que apresentaram comportamento correspondente a uma curva com

concavidade mais expressiva (Figura 6). Assim, o efeito da composição das leiras de compostagem ao longo do tempo também permitiu identificar dois grupos com comportamentos distintos em função da matéria-prima: para o Na e o Cu, $C3 \approx C4 > C1 \approx C2$, e para o Ba, $C2 \approx C4 > C1 \approx C3$.

4.1.4 Fósforo total, fósforo solúvel em solução de ácido cítrico 2% e fósforo solúvel em solução citrato neutro de amônio

Os resultados da análise de variância dos teores de P_2O_5 solúvel em solução de ácido cítrico (HCl), solúvel em solução de citrato neutro de amônio (CNA) e Total em resposta aos fatores época de coleta (E), composição das leiras de compostagem (C) e inoculante (I) são apresentados na tabela 18. Os resultados indicam que o fator E foi significativo para o P_2O_5 em HCl e Total, e a C foi altamente significativo ($p < 0,001$) para as três formas avaliadas de P_2O_5 . Não foram observados efeitos significativos para o inoculante e nem para as interações.

Tabela 18 - Valores do teste 'F' e sua significância para o teores de P_2O_5 em ácido cítrico (HCl), em citrato neutro de amônio (CNA) e total para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I)

Fonte de variação	P_2O_5		
	HCl	CNA	Total
E	9,09 ***	0,28 ns	3,51 *
C	33,54 ***	27,57 ***	58,30 ***
I	0,05 ns	0,11 ns	1,96 ns
E x C	0,30 ns	1,25 ns	0,93 ns
E x I	0,19 ns	0,40 ns	0,82 ns
C x I	1,81 ns	1,66 ns	0,89 ns
E x C x I	0,15 ns	1,13 ns	0,17 ns
CV %	19,5	22,2	20,0

***, * e ns: significância $< 0,1\%$, $< 5\%$ e não significativo, respectivamente; CV: coeficiente de variação

Para fins comparativos com outros trabalhos publicados os teores de P, em $g\ kg^{-1}$, foram transformados para porcentagem de P_2O_5 . Os teores de P_2O_5 extraídos por HCl foram aumentando gradativamente ao longo do período de compostagem, enquanto que os teores de P_2O_5 total diminuíram aos 60 dias (Tabela 19). Como já abordado anteriormente (Tabela 12), a extração para obtenção dos teores totais de P pode não ter sido eficiente nas condições alcalinas, haja vista que as composições apresentavam $pH > 7,5$ aos 60 dias (Tabela 6), o que pode ter favorecido a formação de sais fosfatados insolúveis, e, portanto, não foram extraídos eficientemente pela solução de HCl 1+1.

A solução de CNA é comumente utilizada para avaliação do P insolúvel em água (ALCARDE 2009), e os resultados mostram que não houve diferenças significativas nos teores de P_2O_5 ao longo do período de compostagem das leiras (Tabela 19).

Tabela 19 - Valores médios para o teores de P_2O_5 em ácido cítrico (HCl), em citrato neutro de amônio (CNA) e total, para as épocas de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I). Valores expressos em base seca

Descrição	P_2O_5		
	HCl	CNA	Total
	----- % -----		
E			
0	1,29 C	1,16 A	3,43 A
15	1,51 BC	1,22 A	3,38 AB
30	1,59 AB	1,20 A	3,41 AB
45	1,68 AB	1,20 A	3,02 AB
60	1,78 A	1,15 A	2,90 B
C			
C1	1,16 C	0,97 B	2,10 D
C2	1,50 B	0,97 B	3,60 B
C3	1,72 A	1,36 A	3,00 C
C4	1,91 A	1,45 A	4,22 A
I			
s/ inoc	1,58 A	1,18 A	3,31 A
c/ inoc	1,56 A	1,19 A	3,15 A
DMS (E)	0,25	0,21	0,52
DMS (C)	0,21	0,18	0,44
DMS (I)	0,11	0,10	0,23

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa ($p < 0,05$)

Analisando a composição das leiras de compostagem, foi possível obter mais detalhes do efeito dos extratores sobre os teores de P_2O_5 (Tabela 19). Na utilização do HCl foi possível diferenciar os teores de P_2O_5 nas composições que ocorreram a presença do concentrado apatítico (C2) daquelas que apresentavam esterco de poedeira (C3 e C4), cujos teores foram maiores. Apesar da C4 também conter concentrado apatítico, e numericamente isso ter proporcionado teor maior de P_2O_5 em relação à composição que contém esterco de poedeira (C3), ambas não diferiram ($p > 0,05$) entre si, embora essa comparação estivesse muito próxima do limite de significância do DMS, o que ocorreu quando o $p = 0,10$. Por outro lado, o P_2O_5 extraído por solução de CNA resultou na identificação de apenas dois grupos distintos, sendo os maiores teores obtidos nas composições C3 e C4, cuja matéria-prima em comum é o esterco de poedeira.

Na caracterização das matérias-primas avaliadas, os teores de P_2O_5 extraídos por CNA do esterco de poedeira foram maiores que aqueles extraídos por HCl, enquanto que resultado inverso ocorreu para o concentrado apatítico (Tabela 2). Isso concorda com Lopes e Guilherme (2000), os quais afirmaram que concentrados apatíticos, como o utilizado no presente estudo, apresentam baixíssima solubilidade, ou seja, menor que 5 % em HCl. Consequentemente, isso também foi observado na análise dos compostos, pois o extrator HCl foi mais eficiente na extração dos teores de P_2O_5 presente nos concentrados apatíticos, do que o CNA (Tabela 19), sendo este último mais eficiente para a extração dos teores de P_2O_5 das composições que continham o esterco de poedeira, conforme já definido pela pesquisa e adotado pela legislação.

Avaliando os teores de P_2O_5 total, a contribuição de cada matéria-prima no fornecimento de P_2O_5 às composições das leiras de compostagem foi significativa e crescente, na ordem $C1 > C3 > C2 > C4$. Na composição C4 foram encontrados os maiores teores de P_2O_5 total pela contribuição de ambos, concentrado apatítico e esterco de poedeira.

4.2 Fracionamento de fósforo

A análise de variância das frações de P do fracionamento é apresentada na Tabela 20. Os resultados mostram que os fatores E e C foram significativos para algumas frações de P avaliadas, como ratificados pelos valores de $p < 0,05$, enquanto que o efeito do inoculante foi significativo para as frações de Po em $NaHCO_3$ e NaOH 0,1 mol L⁻¹ e para a fração de Pi em HCl. Os resultados indicam que houve interação entre a E x C ($p < 0,01$) somente para a fração de Pi em $NaHCO_3$, também ocorreram interações E x I e C x I ($p < 0,05$) para as frações de Pi em NaOH 0,1 mol L⁻¹ e Po em NaOH 0,5 mol L⁻¹, respectivamente.

Tabela 20 - Valores do teste 'F' e significância para os teores das frações de P considerando os fatores época de coleta (E), composição de leira de compostagem (C) e inoculante (I)

Fonte de variação	H ₂ O	NaHCO ₃ 0,5 mol L ⁻¹		NaOH 0,1 mol L ⁻¹		HCl 1 mol L ⁻¹	NaOH 0,5 mol L ⁻¹		Residual
	Pi	Pi	Po	Pi	Po	Pi	Pi	Po	P
E	41,67 ***	1,80 ns	10,48 ***	2,29 ns	11,63 ***	7,26 ***	1,51 ns	2,69 *	0,45 ns
C	5,50 **	0,60 ns	3,96 *	6,97 ***	15,84 ***	52,59 ***	19,43 ***	9,39 ***	27,57 ***
I	0,70 ns	0,05 ns	5,58 *	1,40 ns	21,11 ***	7,25 **	0,07 ns	0,01 ns	0,09 ns
E x C	0,99 ns	3,23 **	1,23 ns	1,77 ns	0,65 ns	0,93 ns	0,71 ns	1,77 ns	0,52 ns
E x I	1,14 ns	1,24 ns	0,31 ns	3,23 *	1,79 ns	1,37 ns	0,05 ns	0,53 ns	0,29 ns
C x I	2,08 ns	0,63 ns	2,12 ns	0,59 ns	0,82 ns	0,77 ns	1,43 ns	3,91 *	2,55 ns
E x C x I	1,14 ns	0,66 ns	0,88 ns	1,01 ns	0,24 ns	0,69 ns	0,37 ns	0,50 ns	0,23 ns
CV %	65,2	29,3	32,3	26,9	18,6	24,8	37,8	37,1	36,1

***, **, * e ns: significância < 0,1%, < 1%, < 5% e não significativo, respectivamente; CV: coeficiente de variação

Além do fracionamento do P para as composições das leiras de compostagem ao longo do tempo de coleta das amostras, foi realizada a análise das matérias-primas utilizadas nas composições das leiras (Tabela 21), para que fosse possível inferir mais detalhadamente sobre a contribuição de cada componente nas frações de P.

Tabela 21 - Teores de fósforo inorgânico (Pi) e orgânico (Po) nas matérias-primas utilizados na compostagem

Matéria-prima	H ₂ O	NaHCO ₃ 0,5 mol L ⁻¹		NaOH 0,1 mol L ⁻¹		HCl 1 mol L ⁻¹	NaOH 0,5 mol L ⁻¹		Residual
	Pi	Pi	Po	Pi	Po	Pi	Pi	Po	P
	----- mg kg ⁻¹ -----								
Esterco	1812,41	699,2	85,88	53,47	326,39	356,02	73,15	226,98	3262,75
Torta de filtro	2256,90	553,99	745,63	66,99	622,84	34,27	51,54	145,69	343,89
Cinza de caldeira	76,69	275,24	915,77	56,53	45,11	86,58	46,55	240,24	178,03
Fosfato de rocha	3,913	45,68	34,36	5,82	5,61	10660,61	593,52	335,47	51698,84

Observa-se na torta de filtro e no esterco de poedeira elevados teores de P obtidos na primeira etapa da extração. Essa fração (P em H₂O) representa os teores que estão prontamente disponíveis e podem ser facilmente assimilado (Tabela 21). Koimiyama, Ito e Saigusa (2010), numa análise semelhante de fracionamento de P em esterco de animais (bovinos, suínos, cama de frango e esterco de poedeiras), também encontraram teores elevados de P disponível em H₂O. Situação inversa ocorreu para o concentrado apatítico, cujos teores de P extraído em água foram menores que 4 mg kg⁻¹, pois sendo originário de rochas ígneas e apresentam estrutura cristalina mais estável, a sua solubilidade em H₂O é considerada baixíssima (ROSSETTO et al., 2008).

Ao analisar a cinza de caldeira, observam-se expressivos teores de P orgânico em NaHCO₃ (Tabela 21), correspondendo a aproximadamente 45 % do teor total de P presente na cinza (Figura 7). Esse teor mais elevado de P orgânico pode ser decorrente da baixa eficiência

do processo de queima do bagaço nas caldeiras, ou ocasionado por contaminação da cinza no processo de lavagem das caldeiras após a queima, ou, no transporte até o pátio de compostagem.

Analisando as demais frações das matérias-primas utilizadas na composição das leiras de compostagem, observa-se elevado teor de P extraído por solução de HCl 1 mol L⁻¹ no concentrado apatítico, o que seria esperado visto que a utilização desse extrator é capaz de recuperar, preferencialmente, formas de P ligados à Ca (CROSS; SCHLESINGER, 1995). Apesar disso, o teor de P residual foi cerca de quatro vezes maior que aquele extraído por solução de HCl 1 mol L⁻¹, sendo aproximadamente 80 % do teor total (Figura 7). Essa fração, que corresponde às formas de P mais recalcitrantes, portanto, não disponíveis, corrobora para o fato dos concentrados apatíticos serem considerados de baixa eficiência no fornecimento de fósforo às plantas. Formas de P mais recalcitrantes também foram observadas no esterco de poedeira (Tabela 21 e Figura 7).

Figura 7 – Porcentagem em relação à soma das frações de P pelo fracionamento em cada matéria-prima utilizada na compostagem

Ao analisar as composições das leiras, as frações mais lábeis, principalmente a Pi em H₂O e Po NaHCO₃ 0,5 mol L⁻¹, sofreram diminuição nos teores aos 15 dias de compostagem, provavelmente, por terem sido imobilizadas pelos microorganismos presentes nas leiras de compostagem. (Tabela 22). Por outro lado, na fração do Pi extraído por solução de HCl 1 mol L⁻¹, considerada moderadamente lábil, os teores de P aumentaram. As frações de Pi moderadamente lábeis (NaOH 0,1 mol L⁻¹) e não lábeis (NaOH 0,5 mol L⁻¹) além do P Residual não tiveram influência nos teores durante todo o período de compostagem. Já na fração do Po moderadamente lábeis (NaOH 0,1 mol L⁻¹) e não lábeis (NaOH 0,5 mol L⁻¹) os teores de P diminuíram.

Tabela 22 - Valores médios de fósforo inorgânico (Pi) e orgânico (Po) nas frações para as diferentes épocas de coleta (E), composição de leira (C) e inoculante (I). Valores de P, em g kg⁻¹, expressos em base seca

Descrição	H ₂ O	NaHCO ₃		NaOH 0,1 mol L ⁻¹		HCl	NaOH 0,5 mol L ⁻¹		Residual
	Pi	Pi	Po	Pi	Po	Pi	Pi	Po	P
----- g kg ⁻¹ -----									
E									
0	0,57 A	0,36 A	1,30 A	0,08 A	2,02 A	4,61 B	0,28 A	0,38 AB	0,43 A
15	0,19 B	0,34 A	0,95 B	0,08 A	2,15 A	5,58 AB	0,35 A	0,42 AB	0,47 A
30	0,16 B	0,37 A	0,76 B	0,08 A	2,01 A	6,09 A	0,35 A	0,37 AB	0,49 A
45	0,11 B	0,40 A	0,86 B	0,06 A	1,65 B	6,47 A	0,33 A	0,40 AB	0,44 A
60	0,10 B	0,42 A	0,89 B	0,07 A	1,61 B	6,55 A	0,35 A	0,30 B	0,46 A
C									
C1	0,31 A	0,38 A	1,02 A	0,08 A	2,21 A	3,22 C	0,21 B	0,28 C	0,29 C
C2	0,19 B	0,37 A	1,05 A	0,07 AB	1,97 A	6,83 A	0,40 A	0,36 BC	0,41 B
C3	0,17 B	0,40 A	0,81 B	0,07 AB	1,70 B	5,75 B	0,29 B	0,39 AB	0,46 B
C4	0,23 BA	0,36 A	0,92 AB	0,06 B	1,67 B	7,65 A	0,42 A	0,46 A	0,67 A
I									
s/ inoc	0,24 A	0,38 A	0,88 B	0,07 A	1,74 B	6,22 A	0,33 A	0,37 A	0,46 A
c/ inoc	0,21 A	0,38 A	1,02 A	0,07 A	2,03 A	5,50 B	0,33 A	0,37 A	0,45 A
DMS (E)	0,12	0,09	0,25	0,02	0,28	1,17	0,10	0,11	0,13
DMS (C)	0,10	0,08	0,21	0,01	0,24	0,98	0,09	0,09	0,11
DMS (I)	0,05	0,04	0,11	0,01	0,13	0,53	0,05	0,05	0,06

Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %. E: época de coleta (dias); C: composição da leira; C1: Torta + Cinza; C2: Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3: Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4: Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira; I: inoculante; s/ inoc: sem inoculante; c/ inoc: com inoculante; DMS: diferença mínima significativa (p < 0,05)

O Pi em H₂O é a primeira forma a ser extraída pelo fracionamento, sendo considerada a fração prontamente disponível, ou lábil. Observando a composição das leiras, os maiores teores de P nessa fração são encontrados na composição menos heterogênea (C1: torta de filtro + cinza de caldeira). Tal fato é ratificado pela análise do fracionamento das matérias-primas (Tabela 21), que apontou maior teor de P para essa fração mais lábil para a torta de filtro.

O P extraído por solução de NaHCO₃ 0,5 mol L⁻¹, de forma análoga àquela em H₂O, também corresponde à fração prontamente disponível. Os teores de Pi presentes nessa fração, não sofreram influências significativas pela composição das leiras de compostagem. Por outro lado, o Po apresentou influência da composição, sendo que naquelas em que o esterco de poedeira esteve presente, os teores de Po foram menores devido à baixa relação C/N desta matéria-prima (LUZ; VITTI, 2008). A influência da torta de filtro e da cinza de caldeira na composição das leiras de compostagem contribuiu para que os teores de Po nessa fração fossem mais elevados (Figura 8).

A fração do P extraída com NaOH 0,1 mol L⁻¹, moderadamente lábil, inclui o P inorgânico (Pi) e o P orgânico (Po). A fração Pi é composta por fosfatos ligados aos oxi-

hidróxidos de Fe e de Al por ligações mono e bidentadas (HEDLEY; STEWART; CHAUHAN, 1982; CROSS; SCHLESSINGER, 1995), sendo, no presente estudo, a fração com os teores mais baixos de P (Tabela 22). Já a fração do P orgânico é formada por ortofosfatos monoésteres (fosfato de inositol), com baixa acessibilidade ao ataque microbiano (RHEINHEIMER; ANGHINONI; FLORES, 2002; GATIBONI, 2003), sendo que essas frações foram mais elevadas nas composições C1 e C2 comparada às C3 e C4, e pode ser uma justificativa para o efeito positivo do inoculante, o que mostra que as bactérias utilizadas, provavelmente, poderiam ter maior eficiência na utilização do P presente nessas frações. Ainda sobre o efeito do inoculante nessa fração, os maiores teores de P encontrados também podem ser indicativos da alta atividade microbiana, pois tais fosfatos constituem reservas de P em paredes celulares de bactérias (CONDRON et. al., 1990).

A maior parte do P presente na composição das leiras de compostagem advém da fração de P extraída com HCl 1,0 mol L⁻¹, a essa fração considera a parte do P que está ligado ao Ca, formando fosfatos de Ca - Apatita (CROSS; SCHLESINGER, 1995). Nas leiras de compostagem que continham concentrado apatítico em sua composição (C2 e C4), o P presente nessa fração corresponde, relativamente, entre 40 e 50 % de todo o somatório das frações do P no composto (Figura 8). A contribuição do esterco de poedeira, porém numa menor quantidade na composição C3, também é evidente, sendo essa matéria-prima rica em Ca o que pode ocasionar a formação de fosfatos de Ca “in situ”, ou seja, possível neoformação de fosfatos de Ca secundários de baixa solubilidade, resultantes da combinação de altas quantidades de P e Ca disponíveis (GATIBONI et al., 2007; TIECHER et al., 2012). Esse fato corrobora com o citado por Koimiyama, Ito e Saigusa (2010), que demonstraram que o Ca prejudica o processo de compostagem. Desta forma, a recomendação para aplicação de gesso na compostagem, com a finalidade de diminuir a volatilização de amônia, deve ser realizada apenas no final do processo. Essa fração (Pi em HCl) juntamente com o P extraído na etapa anterior (NaOH 0,1 mol L⁻¹) são considerados formas de P moderadamente lábil. Cassol, Gianello e Costa (2001), estudando as frações de P em esterco de aves e bovinos de leite, também encontram teores altos de P nas frações Po em NaOH 0,1 mol L⁻¹ e em Pi em HCl, o que concorda com os resultados da tabela 22.

A fração do P extraída com NaOH 0,5 mol L⁻¹ é composta por formas de P similares as extraídas por NaOH 0,1 mol L⁻¹, porém não foram estimadas pelo extrator usado anteriormente por estarem protegidas química e fisicamente (CROSS; SCHLESINGER, 1995), assim, o P extraído por essa fração é considerado como de forma não lábil. Nessa fração não foram encontrados altos teores de P, como nas frações anteriores (Pi HCl e Po

NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$), mas é possível observar a influência das matérias-primas nas composições das leiras (Tabela 22). Na fração P_i , nas composições que continham concentrado apatítico (C2 e C4) foram observados os maiores teores de P enquanto que para o Po efeito mais notório foi observado nas composições que continham esterco de poedeira (C3 e C4).

O P residual é composto por frações inorgânicas ou orgânicas de P consideradas altamente recalcitrantes, ou seja, que não estão disponíveis para as plantas (STEWART; SHARPLY, 1987). Observando a composição das leiras de compostagem, a menor presença de P recalcitrante foi encontrada na C1 (torta de filtro + cinza de caldeira) (Tabela 22), nas demais composições a contribuição das matérias-primas (concentrado apatítico e esterco de poedeira) foi mais expressiva nos teores de P recalcitrantes. Ao realizar o fracionamento de P nas matérias-primas, utilizadas na composição das leiras de compostagem, a maior parte desse nutriente foi encontrada no esterco de poedeira e no concentrado apatítico na fração residual (3,3 e $51,7 \text{ g kg}^{-1}$, respectivamente) (Tabela 21).

Figura 8 - Porcentagem em relação à soma das frações de P pelo fracionamento em cada composição utilizada nas leiras de compostagem, ao longo do tempo de coleta

Analisado os gráficos da Figura 8 é possível visualizar com mais detalhes o comportamento dos teores de P em cada fração nas composições das leiras, ao longo do tempo de avaliação. Torna-se evidente o comportamento dos teores de P em H_2O , os quais diminuem gradativamente à medida que a compostagem avança no tempo, provavelmente pelo consumo dessas formas mais lábeis pelos microorganismos (imobilização). Por outro lado, os teores de P_i em HCl tiveram incrementos significativos principalmente na composição C1. As frações de P moderadamente lábeis (P em NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ e em HCl) também corresponderam a porcentagens maiores de P nas composições em que o concentrado apatítico e o esterco de poedeira estiveram presentes (C2, C3 e C4), provavelmente pelos altos teores de Ca nesses materiais. Nas frações não lábeis (NaOH $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ e Residual) os teores de P permaneceram constantes nas composições ao longo do período de compostagem.

Na análise de variância, a interação entre a época de coleta e a composição das leiras de compostagem foi significativa para os teores de P_i em NaHCO_3 ($p < 0,01$) (Tabela 20). Essa interação é apresentada na forma gráfica (Figura 9), cuja análise de regressão revelou que os modelos ajustados foram significativos apenas na composição C1.

Figura 9 - Efeito da interação entre a época de coleta das amostras e composição das leiras para os teores de P em NaHCO_3 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$. *** e ns: Significância $< 0,1\%$, e não significativo, respectivamente

A fração P_i em NaHCO_3 analisadas de formas isoladas para a época de coleta (E) e composição das leiras (C) não apresentaram diferenças significativas, mas ao analisá-las em conjunto (E x C) ficam evidentes dois comportamentos distintos (Figura 9). Os teores de P nas composições C1 e C2 apresentaram ligeiro acréscimo, enquanto que na composição C3 houve diminuição nesses teores. Esse decréscimo pode ser atribuído à presença do esterco de poedeira em sua composição, cuja análise de seu fracionamento revelou teores de P_i em NaHCO_3 elevados para essa matéria-prima (Tabela 21), os quais, por ser uma fração

prontamente disponível, o P pode ter sido consumido pelos microorganismos atuantes na compostagem. Para composição C4 não houve ajuste polinomial, e seus teores permaneceram constantes durante todo o período de compostagem das leiras.

Outra interação significativa ($p < 0,05$) obtida pela análise de variância foi entre a época de coleta e o inoculante para os teores de Pi em NaOH 0,1 mol L⁻¹ (Tabela 20). Essa interação é apresentada na forma gráfica (Figura 10), cuja análise de regressão revelou que os modelos ajustados foram não significativos. Apesar da fração Pi em NaOH 0,1 mol L⁻¹ analisada de forma isolada para a época de coleta (E) e inoculante (I) apresentarem diferenças não significativas, ao analisá-la em conjunto (E x I), fica evidente comportamento diferenciado entre os teores de P nessa fração.

Figura 10 - Efeito da interação entre a época de coleta das amostras e inoculante nas leiras para os teores de Pi em NaOH 0,1 mol L⁻¹. ** e ns: Significância < 1 %, e não significativo, respectivamente

Nas composições em que não foram adicionados inoculantes os teores de P em NaOH 0,1 mol L⁻¹ permaneceram inalterados. Já para as composições em que o inoculante esteve presente ocorreram, decréscimos acentuados nos teores de P, tornando-se mais pronunciado a partir do 45º dia de coleta (Figura 10). Como já mencionado anteriormente, os teores de P inorgânico, extraídos por essa solução, representam formas de P consideradas moderadamente lábeis, representada por fosfatos ligados a óxi-hidróxidos de Fe e de Al (HEDLEY; STEWART; CHAUHAN, 1982; CROSS; SCHLESSINGER, 1995). O consumo dessas formas de P ligada ao Fe e ao Al pelos inoculantes (*Pseudomonas* e *Bacillus*), possivelmente proporcionou incremento nos teores de Fe e de Al ao longo do período de compostagem (Tabelas 14 e 16) causando diminuição nos teores de P extraídas por essa fração.

A análise de variância da interação entre a composição da leira de compostagem e o inoculante foi significativa ($p < 0,05$) para a fração Po em NaOH 0,5 mol L⁻¹ (Tabela 20). O resultado mais expressivo do desdobramento dessa interação foi identificado quando houve

inoculante na composição C3, proporcionando teores maiores de P nessa fração, ao passo que na composição C1 foi menor.

Tabela 22 - Valores médios de Po em NaOH 0,5 mol L⁻¹ para o desdobramento da interação entre a composição da leira de compostagem e o inoculante

Composição da leira	Po - NaOH 0,5 mol L ⁻¹	
	s/ inoc	c/ inoc
	----- g kg ⁻¹ -----	
C1	0,34 Ba	0,22 Bb
C2	0,33 Ba	0,40 Aa
C3	0,34 ABb	0,43 Aa
C4	0,49 Aa	0,44 Aa

Letras minúsculas, na linha, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos fixando-se o efeito do inoculante e da época de coleta. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira. s/ inoc: sem inoculante. c/ inoc: com inoculante

4.3 Experimento em casa de vegetação

No experimento conduzido em casa de vegetação, utilizando dois solos com atributos físicos contrastantes, foram observadas diferenças quanto à resposta da cultura do arroz para os teores de P acumulado na parte aérea utilizando as composições C1, C2, C3 e C4 (com e sem adição do inoculante) comparadas com uma fonte exclusivamente mineral (NH₄H₂PO₄). No presente estudo, no solo arenoso, os teores de P acumulado em massa seca (MS) foram maiores utilizando uma fonte de P mineral (289,3 mg vaso⁻¹ em MS) comparativamente ao uso dos compostos orgânicos, cujos teores foram menores que 80 mg vaso⁻¹ de P em MS e não diferiram entre si (Figura 11). O maior acúmulo de P na parte aérea pelo uso da fonte mineral deve-se ao uso do NH₄H₂PO₄ cuja garantia e solubilidade é de 48 % de P₂O₅ em CNA+H₂O, portanto, mais solúvel quando comparada à utilização das composições C1, C2, C3 e C4. Isso é corroborado pelo fato de os solos arenosos apresentarem menores valores de poder tampão e fixação de P.

Figura 11 - Teores de P acumulado na parte aérea para a cultura do arroz para dois solos (Arenoso e Argiloso). C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de Poedeira. M, adubação mineral; Ctrl, tratamento controle; s/ inoc: sem inoculante. c/ inoc: com inoculante. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %.

Para o solo argiloso, os teores de P acumulados da parte aérea para as plantas que receberam adubação mineral apenas não diferiram ($p < 0,05$) dos teores encontrados para a composição C1 (Figura 11). Mesmo utilizando uma fonte mineral solúvel, a granulometria do solo interferiu na disponibilidade de P para as plantas, sendo que o teor elevado de argila (Tabela 3), provavelmente acarretou em fixação mais intensa do P, tornando-o indisponível (P-ocluso).

Diversos autores relataram o efeito da matéria orgânica na disponibilidade do fósforo para as plantas. Em experimento realizado por Ribeiro (1978), na cultura do painço, o autor

utilizou misturas de torta de filtro com fertilizantes fosfatados, como Concentrado Apatítico de Araxá e Surperfosfato Triplo. O autor relata que a mistura da torta de filtro com fertilizantes fosfatados superou as formas minerais empregadas isoladamente na absorção de P pelas plantas. Assim, o autor concluiu que a matéria orgânica, quando associada a fertilizantes fosfatados em solos de clima tropical, mantém esse nutriente numa forma disponível para as plantas. Isso pode justificar o fato dos teores de P não diferirem entre o tratamento fonte mineral e a composição C1 no solo argiloso (Figura 11), haja vista esta apresentar teor elevado de matéria orgânica (Tabela 9).

Considerando apenas o efeito da composição das leiras de compostagem na capacidade de fornecimento de P para a cultura do arroz no solo arenoso, observa-se que não houve diferença dos teores do macronutriente em resposta ao inoculante (Tabela 23). Nas composições sem inoculante os teores de P acumulado pela parte aérea não diferiram estatisticamente entre si. Já com a presença do inoculante os maiores teores P acumulado foram observados na composição C1, e incrementos intermediários ocorreram nas composições C2 e C3. Essa diferenciação foi influenciada pelas matérias-primas utilizadas nas composições. Pela composição C1 conter apenas torta de filtro + cinza de caldeira, provavelmente os teores de P encontraram-se mais disponíveis durante o ciclo da cultura do arroz em relação às demais composições. Com base em tais resultados, pode-se inferir que o P possa proporcionar efeito residual no solo, sendo disponibilizado gradativamente para um cultivo subsequente.

Tabela 23 – Média dos teores de P acumulado pela parte aérea da matéria seca do arroz, no solo arenoso para o desdobramento da interação entre a composição das leiras e inoculante

Inoculante	Composição das leiras				Média do inoculante
	C1	C2	C3	C4	
	----- P acumulado (mg vaso ⁻¹) -----				
sem	62,98 Aa	44,25 Aa	54,52 Aa	50,18 Aa	52,98 a
com	76,20 Aa	58,36 ABa	60,06 ABa	40,98 Ba	58,90 a
Média das composições	69,59 A	51,30 B	57,29 AB	45,58 B	

Letras minúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na linha, comparam médias entre as composições. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de poedeira

No solo argiloso houve efeito positivo da presença do inoculante no P acumulado na parte aérea das plantas (Tabela 24). Esse fato pode ser atribuído às formas de P proporcionadas pelas bactérias adicionadas nas composições das leiras de compostagem, as quais diminuíram a afinidade do P à adsorção específica pelo solo. A presença do

microrganismo na rizosfera geralmente facilita a absorção de P, provocado por alterações biológicas no ambiente, como maior imobilização pela biomassa microbiana (P-orgânico), com isso, menos P em solução resulta em menor fixação pelo solo. Além disso, as substâncias húmicas produzidas durante a decomposição da matéria orgânica formam uma superfície protetora sobre os óxi-hidróxidos de Fe e de Al, o que contribui para aumentar o P-lábil do solo (MOREIRA; SIQUEIRA, 2006).

Tabela 24 - Média dos teores de P acumulado pela parte aérea da matéria seca do arroz, no solo argiloso para o desdobramento da interação entre a composição das leiras e inoculante

Inoculante	Composição das leiras				Média do inoculante
	C1	C2	C3	C4	
	----- P acumulado (mg vaso ⁻¹) -----				
sem	76,61 Aa	54,17 Ba	63,05 ABa	66,09 ABa	64,98 b
com	113,69 Aa	67,04 Ba	74,95 ABa	53,43 Ba	77,28 a
Média das composições	95,15 A	60,60 B	69,00 B	59,76 B	

Letras minúsculas, na coluna, comparam médias entre tratamentos com e sem inoculante. Letras maiúsculas, na linha, comparam médias entre as composições. Letras iguais não indicam diferença entre as médias pelo teste de Tukey a 5 %. C1, Torta + Cinza; C2, Torta + Cinza + Concentrado apatítico; C3, Torta + Cinza + Esterco de poedeira; C4, Torta + Cinza + Concentrado apatítico + Esterco de poedeira

Analísado as composições das leiras, observa-se o efeito da composição C1 (torta de filtro + cinza de caldeira) tanto para a presença quanto a ausência do inoculante (Tabela 24). Na composição C1 observaram-se maiores acúmulos de P, ratificados pelas formas de P prontamente disponível como relatado anteriormente para o solo arenoso. Apesar da influência da granulometria (Tabela 3), as magnitudes dos teores de P acumulados pela parte aérea foram maiores no solo argiloso que no arenoso.

Houve maior acúmulo de P pela matéria seca do arroz no solo argiloso em relação ao arenoso. A magnitude dessa diferença foi influenciada pela presença das bactérias avaliadas, e correspondeu entre 14 e 24 % e entre 13 e 33 % quando da ausência ou da presença da adição de microrganismos, respectivamente. Efeito mais expressivo foi encontrado para a composição C1 (torta de filtro + cinza de caldeira). Outros autores também encontram resultados similares ao do presente estudo, como Panhwar et al. (2011) ao avaliarem a cultura do arroz e aplicação de bactérias do gênero *Bacillus* e *Pseudomonas* na solubilização do concentrado apatítico.

5 CONCLUSÕES

As hipóteses testadas foram parcialmente aceitas haja vista que:

- 1 - As formas de fósforo presentes nas composições das leiras de compostagem, quantificadas pela técnica analítica do fracionamento, correspondem principalmente à fração de P moderadamente lábil, extraídas por solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹ e HCl 1 mol L⁻¹;
- 2 - A presença de inoculantes na leira de compostagem diminui o P inorgânico ligado ao Ca do concentrado apatítico de Araxá (P em HCl 1 mol L⁻¹), aumentando em contrapartida o P das frações orgânicas lábil (P em NaHCO₃ 0,5 mol L⁻¹) e moderadamente lábil (P em NaOH 0,1 mol L⁻¹);
- 3 - Os teores de macro e micronutrientes bem como os de elementos benéficos e tóxicos, em geral, aumentaram até os 45 dias do início de compostagem;
- 4 - Dentre as composições utilizadas nas leiras de compostagem, a que contém mais fontes de matéria-prima (torta, cinza, concentrado apatítico e esterco de poedeira) apresenta maior potencial agrônômico no fornecimento de nutrientes às culturas;
- 5 - No solo argiloso a utilização de composto com inoculante aumenta o teor de P acumulado pela parte aérea do arroz na composição de leira C1 (torta de filtro e cinza de caldeira) comparado às demais composições, exceto na adubação mineral.

REFERÊNCIAS

- ABREU JUNIOR, C.H.; BOARETTO, A.E.; MURAOKA, T.; KIEHL, J.C. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. In: TORRADO, P.V.; ALLEONI, L.R.F.; COOPER, M.; SILVA, A.P.; CARDOSO, E.J.B. (Ed.). **Tópicos em ciência do solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2005. v. 4, p. 391-470.
- ALCARDE, J.C. **Manual de análise de fertilizantes**. Piracicaba: FEALQ, 2009. 259 p.
- BRANCO, S.M.; MURGEL, P.H.; CAVINATTO, V.M. Compostagem: solubilização biológica de rocha fosfática na produção de fertilizante organo-mineral. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, Rio de Janeiro, v. 6, n. 3, p. 115-122, 2001.
- BRASIL. Leis, decretos, etc. Instrução Normativa SDA N° 27, de 05 de junho de 2006. **Diário Oficial da União**, Brasília, 09 jun. 2006. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/sanidade-vegetal/legislacao>>. Acesso em: 16 abr. 2014
- BROOKES, P.C.; POWLSON, D.S. Preventing phosphorus losses during perchloric acid digestion of sodium bicarbonate soil extracts. **Journal of Science and Food Agriculture**, London, v. 32, p. 671-674, 1981.
- BROOKES, P. C.; POWLSON, D. S.; JENKINSON, D. S. Phosphorus in the microbial biomass. **Soil Biology and Biochemistry**, Heidelberg, v. 16, p. 169-175, 1984.
- CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. Determinação da matéria orgânica. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C. de; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2001. p. 173-180.
- CARNEIRO, R.G.; MENDES, I.C.; LOVATO, P.E.; CARVALHO, A.M.; VIVALDI, L.J. Indicadores biológicos associados ao ciclo do fósforo em solos de Cerrado sob plantio direto e plantio convencional. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 39, n. 7, p. 661-669, 2004.
- CASSOL, P.C.; GIANELLO, C.; COSTA, V.E.U. Frações de fósforo em estrumes e sua eficiência como adubo fosfatado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 25, n. 3, p. 635-644, 2001.
- CHANG, S.C.; JACKSON, M.L. Fractionation of soil phosphorus. **Soil Science**, Baltimore, v. 84, p. 133-144, 1957.
- CHEN, C.R.; CONDRON, L.M.; DAVIS, M.R.; SHERLOCK, R.R. Effects of afforestation on phosphorus dynamics and biological properties in a New Zealand grassland soil. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 220, p. 151-163, 2000.
- COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. Central de Informações Agropecuárias. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em: 16 abr. 2014.

CONDRON, L.M.; MOIR, J.O.; TIESSEN, H.; STEWART, R.H. Critical evaluation of methods for determining total organic phosphorus in tropical soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v.54, p. 1261-1266, 1990.

CONDRON, L.M.; NEWMAN, S. Revisiting the fundamentals of phosphorus fractionation of sediments and soils. **Journal of Soils and Sediments**, Heidelberg, v. 11, p. 830-840, 2011.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE. **Resolução nº 375, de 29 de agosto de 2006**. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res06/res37506.pdf>>. Acesso em: 16 abr. 2014.

CONTE, E.; ANGHINONI, I.; RHEINHEIMER D.S. Frações de fósforo acumuladas em Latossolo argiloso pela aplicação de fosfato no sistema de plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 27, n.5, p. 893-900, 2003.

CROSS, A.F.; SCHLESSINGER, W.H. A literature review and evaluation of the Hedley fractionation: applications to the biogeochemical cycle of soil phosphorous in natural ecosystems. **Geoderma**, Amsterdam, v. 64, n. 3/4, p. 197-214, 1995.

DALAL, R. C. Soil organic phosphorus. **Advances in Agronomy**, San Diego, v 29, p. 83-117, 1977.

DICK, W.A.; TABATABAI, M.A. Determination of orthophosphate in aqueous solutions containing labile organic and inorganic phosphorus compounds. **Journal of Environmental Quality**, Madison, v. 6, p. 82-85, 1977.

EMBRAPA. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. Brasília: EMBRAPA, Informação Tecnológica, 2009. 627 p.

ESTRADA, G.A.; BALDANI, V.L.D.; OLIVEIRA, D.M. URQUIAGA, S. BALDANI, J.I., Selection of phosphate-solubilizing diazotrophic *Herbaspirillum* and *Burkholderia* strains and their effect on rice crop yield and nutrient uptake. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 369, p. 115-119, 2013.

FERNANDES, F.; PIERRO, A.C.; YAMAMOTO, R.Y. Produção de fertilizante orgânico por compostagem do lodo gerado por estações de tratamento de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 28, n. 5, p. 567-574, 1993.

FROSSARD, E.; TEKELEY, P.; GRIMAL, J.Y. Characterization of phosphate species in urban sewage sludges by high-resolution solid-state ³¹P-NMR. **European Journal of Soil Science**, Oxford, v. 43, p.403-408, 1994

GATIBONI, L.C. **Disponibilidade de formas de fósforo às plantas**. 2003. 231 p. Tese (Doutorado em Biodinâmica dos Solos) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2003.

GATIBONI, L.C.; KAMINSKI, J.; RHEINHEIMER, D.S.; FLORES, J.P.C. Biodisponibilidade de formas de fósforo acumuladas em solo sob sistema plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 31, n. 5, p. 691-699, 2007.

GEE, G.W.; OR, D. Particle-size analysis. In: DANE, J.H.; TOPP, G.C. (Ed.). **Methods of soil analysis**. 3rd ed. Madison: American Society of Agronomy; Soil Science Society of America, 2002. pt. 4, p. 255-293.

GUERRA, J. G. M.; ALMEIDA, D. L.; SANTOS, G. A.; FERNANDES, M. S. Conteúdo de fósforo orgânico em amostras de solos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 31, p. 291-299, 1996.

GUO, F.; YOST, R.S. Partitioning soil phosphorus into three discrete pools of differing availability. **Soil Science**, Baltimore, v. 163, p. 822-833, 1998.

HEDLEY, M.J.; STEWART, J.W.B.; CHAUHAN, B.S. Changes in inorganic and organic soil phosphorus fractions induced by cultivation practices and by laboratory incubations. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 46, n. 4, p. 970-976, 1982.

HUSSAIN, A.A.; ABO GHALIA, H.H.; ABDALLAH, S.A. Rock phosphate solubilization by *Aspergilli* species grown on olive-cake waste and its application in plant growth improvement. **Egyptian Journal of Biology**, Cairo, v. 3, p. 89-86, 2001.

ISHERWOOD, K.F. World plant nutrient resources: directions for the next century. In: SIQUEIRA, J.O.; MOREIRA, F.M.S. LOPES, A.S.; GUILHERME, L.R.G.; FAQUIN, V.; FURTINI NETO, A.E.; CARVALHO, J.G. de (Ed.) 1999 Inter-relação fertilidade, biologia do solo e nutrição de plantas. Viçosa: SBCS, Lavras: UFLA/DCS, 1999. p.123-142

KABATA-PENDIAS, A.; PENDIAS, H. **Trace elements in soils and plants**. Boca Raton: CRC Press, 2000. 315 p.

KIEHL, E.J. **Fertilizantes orgânicos**. 2. ed. Piracicaba: Agronômica Ceres, 1988. 309 p.

_____. **Manual de compostagem: maturação e qualidade do composto**. 4. ed. Piracicaba: O Autor, 2004. 173 p.

KORNDORFER, G.H. Fósforo na cultura da cana de açúcar. In: YAMADA, T.; ABDALLA, S.R.S. (Ed.). **Fósforo na agricultura brasileira**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 2004. p. 290-306.

KOYMIYAMA, T.; ITO, T.; SAIGUSA, M. Water solubility of phosphorus in animal manure compost. In: WORLD CONGRESS OF SOIL SCIENCE, 19., 2010, Brisbane. **Proceedings...** Brisbane: IUSS, 2010. 1 CD-ROM.

LINDSAY, W.L.; VLEK, P.L.G.; CHIEN, S.H. Phosphate minerals. In: DIXON, J.B.; WEED, S.B. (Ed.). **Minerals in soil environments**. Madison: SSSA, 1989. p. 1089-1130. (SSSA Book Series, nº 8).

LOPES, A.S.; GUILHERME, L.R.G. **Uso eficiente de fertilizantes e corretivos agrícolas: aspectos agrônômicos**. 2. ed. São Paulo: Associação Nacional para Difusão de Adubos e Corretivos Agrícolas, 1992. 51 p. (ANDA. Boletim Técnico, 4).

LOPES, A.S.; SILVA, C.A.P.; BASTOS, A.R.R. Reservas de fosfatos e produção de fertilizantes fosfatados no Brasil e no Mundo. In: YAMADA, T.; ABDALLA, S.R.S. (Ed.).

Fósforo na agricultura brasileira. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 2004. p. 13-34.

LUZ, P.H.C.; VITTI, G.C. Manejo e uso de fertilizantes para cana-de-açúcar. In: MARQUES, M.O.; MUTTON, M.A.; NOGUEIRA, T.A.R.; TASSO JÚNIOR, L.C.; NOGUEIRA, G.A.; BERNARDI, J.H. **Tecnologias na agroindústria canavieira.** Jaboticabal: FVAC, 2008. p. 141-167.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G.C.; OLIVEIRA, S.B **Avaliação do estado nutricional das plantas – princípios e aplicações** (2º edição), Piracicaba, POTAFOS, 1997. 319p.

MATOS, A.T.; VIDIGAL, S.M.; SEDIYAMA, M.A.N.; GARCIA, N.C.P.; RIBEIRO, M.F. Compostagem de alguns resíduos orgânicos, utilizando-se águas residuárias da suinocultura como fonte de nutrientes. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 2, n. 2, p. 199-203, 1998.

McGILL, W. B.; COLE, C. V. Comparative aspects of cycling of organic C, N, S and P through soil organic matter. **Geoderma**, Amsterdam, v. 26, p. 267-286, 1981.

MOREIRA, F.M.S.; SIQUEIRA, J.O. **Microbiologia e Bioquímica do Solo** (2ª edição), Lavras: Editora UFLA, 2006. 729 p.

MURPHY, J.; RILEY, J.P. A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. **Analytica Chimica Acta**, Amsterdam, v. 27, p. 31-36, 1962.

NEVES, M. C. P. Como os microrganismos do solo obtêm energia e nutrientes. In: CARDOSO, E. J. N. B.; TSAI, S. M.; NEVES, M. C. P.(Eds.) **Microbiologia do solo**. SBCS. Campinas, 1992, p. 17-31.

NOVAIS, R.F.; SMYTH, T.J. **Fósforo em solo e planta em condições tropicais.** Viçosa: UFV, 1999. 399 p.

OLSEN, S.R.; SOMMERS, L.E. Phosphorus. In: PAGE, A.L.; MILLER, R.H.; KEENEY, Q.R. (Ed.). **Methods of soil analysis**. 2nd ed. Madison: SSSA, 1982. pt. 2: Chemical and microbiological properties, p. 403-430.

PANHWAR, Q.A.; RADZIAH, O.; ZAHARAH, A.R.; SARIAH, M.; MOHD. RAZ, I. Role of phosphate solubilizing bacteria on rock phosphate solubility and growth of aerobic rice. **Journal of Environmental Biology**, Lucknow, v. 32, p.607-612, 2011

PARFITT, R.L. Anion adsorption by soils and soil materials. **Advances in Agronomy**, San Diego, v. 30, p. 1-46, 1978.

QUAGGIO, J.A.; RAIJ, B. van. Determinação do pH em cloreto de cálcio e da acidez total. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C. de; CANTARELLA, H. QUAGGIO, J.A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agrônômico, 2001. p. 181-188.

RAIJ, B. van; QUAGGIO, J.A. Determinação de fósforo, cálcio, magnésio e potássio extraídos com resina trocadora de íons. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C. de;

CANTARELLA, H. QUAGGIO, J.A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2001. p. 189-199.

RAYMENT, G.E. Northeast Australian experience in minimizing environmental harm from waste recycling and potential pollutants of soil and water. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 36, p. 121-131, 2005.

RHEINHEIMER, D.S. **Dinâmica de fósforo em sistemas de manejo de solos**. 2000. 210 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2000.

RHEINHEIMER, D.S.; ANGHINONI, I. Accumulation of soil organic phosphorus by soil tillage and cropping systems in subtropical soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 34, n. 15/16, p. 2339-2354, 2001.

_____. Distribuição do fósforo inorgânico em sistemas de manejo de solo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 36, n. 1, p. 151-160, 2003.

RHEINHEIMER, D.S.; ANGHINONI, I.; FLORES, A.F. Organic and inorganic phosphorus as characterized by phosphorus-31 nuclear magnetic resonance in subtropical soils under management systems. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 33, n. 11/12, p. 1853-1871, 2002;

RIBEIRO, A.C. **Torta de filtro rotativo e vinhaça como fertilizantes, em misturas com apatita de Araxá e superfosfato simples**. 1978. 88 p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) – Universidade de São Paulo, Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 1978.

RODRIGUES, M. **Sistemas de manejo e a dinâmica das formas de fósforo e da fertilidade em solos de Cerrado** 2014. 113p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade de São Paulo, Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2014

ROSSETO, R.; DIAS, F.L.F.; VITTI, A.C.; PRADO JÚNIOR, J.P.Q. Fósforo. In: DINARDO-MIRANDA; L.L.; VASCONCELOS, A.C.M. de; LANDELL, M.G.A. (Ed.). **Cana-de-açúcar**. Campinas: Instituto Agronômico, 2008. p. 271-288.

ROSSETO, R.; CANTARELLA, H.; DIAS, F.L.F.; VITTI, A.C.; TAVARES, S. Cana de açúcar. In: PROCHNOW, L.I.; CASARIN, V.; STIPP, S.R. **Boas práticas para uso eficiente de fertilizantes**. Piracicaba: IPNI, 2010. v. 3, p.162-230.

SANTANA, J; SOUZA, S.O. Subprodutos da cana-de-açúcar. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 10, n. 119, p. 22-27, 1984.

SANTOS, J.Z.L.; FURTINI NETO, A.E.; RESENDE, A.V.; CURI, N.; CARNEIRO, L.F.; COSTA, S.E.V.G.A. Frações de fósforo em solo adubado com fosfatos em diferentes modos de aplicação e cultivado com milho. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 32, n. 2, p. 705-714, 2008.

SARRUGE, J.R. Soluções nutritivas. **Summa Phytopatologica**, Piracicaba, v. 1, p. 231-233, 1975.

SAS INSTITUTE. **SAS/STAT software version 9.1**. Cary, 2003.

SHARPLEY, A.N.; TIESSEN, H.; COLE, C.V. Soil phosphorus forms extracted by soil test as a function of pedogenesis. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 51, n. 2, p. 362-365, 1987.

SMECK, N. E. Phosphorus dynamics in soils and landscapes. **Geoderma**, Amsterdam, v. 36, p. 185-199, 1985.

SILVA, M.A.; NÓBREGA, J.C.A.; CURI, N.; SIQUEIRA, J.O.; SÁ, J.J.G.; MARQUES, M.; MOTTA, P.E.F. Frações de fósforo em Latossolos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 38, n. 10, p. 1197-1207, 2003.

STAUFFER, M.D; SULEWSKI, G. Fósforo – Essencial para a vida. In: YAMADA, T.; ABDALLA, S.R.S. (Ed.). **Fósforo na agricultura brasileira**. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 2004. p. 1-12.

STEWART, J. W. B.; TIESSEN, H. Dynamics of soil organic phosphorus. **Biogeochemistry**, Netherlands, v 4, p. 41-60, 1987.

STEWART, J.W.B.; SHARPLY, A.N. Controls on dynamics of soil and fertilizer phosphorus and sulfur. In: FOLLETT, R.F.; STEWART, J.W.B.; COLE, C.V.; POWER, J.F. (Ed.). **Soil fertility and organic matter as critical components of production systems**. Madison: SSSA, 1987. p. 101-121.

TATE, K. R. The biological transformation of P in soil. **Plant and Soil**, Dordrecht, v 76, p. 245-256, 1984.

TATE, K.R.; SPEIR, T.W.; ROSS, D.J.; PARFITT, R.L.; WHALE, K.N.; COWLING, J.C. Temporal variations in some plants and soil P pools in two pasture soils of widely different P fertility status. **Plant and Soil**, Dordrecht, v 132, p. 219-232, 1991.

TIECHER, T.; RHEINHEIMER, D.S.; KAMINSKI, J.; CALEGARI, A. Forms of inorganic phosphorus in soil under different long term soil tillage systems and winter crops. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 36, p. 271-281, 2012.

TIESSEN, H.; STEWART, W.B.; COLE, C.V. Pathways of phosphorus transformations in soils of differing pedogenesis. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 48, n. 4, p. 853-858, 1984.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. **Methods of chemical analysis for water and wastes**. Cincinnati, 1971. 312 p.

_____. **Ecological soil screening levels for barium**. Washington, EPA, 2005. 80p.
Disponível em: http://rais.ornl.gov/documents/eco-ssl_barium.pdf Acesso em: 18 abr. 2014.

VASSILEV, N.; MEDINA, A.; AZCON, R.; VASSILEVA, M. Microbial solubilization of rock phosphate on media containing agro-industrial wastes and effect of the resulting products on plant growth and P uptake. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 287, n. 1, p. 77-84, 2006.

VITTI, G.C. **Avaliação e interpretação do enxofre no solo e na planta**. Jaboticabal, FCAV: Funep, 1989, 37p.

WALKER, T. W.; SYERS, J. K. The fate of phosphorus during pedogenesis. **Geoderma**, Amsterdam, v 15, p. 01-19, 1976.

WILLIAMS, J.D.H.; SYERS, J.K.; HARRIS, R.F.; ARMSTRONG, D.E. Fractionation of inorganic phosphate in calcareous lake sediments. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v. 35, p. 250-255, 1971.

APÊNDICES

APÊNDICE A – Fracionamento de fósforo do solo

(Hedley, Stewart e Chauhan (1982), com modificações de Condron, Goh e Newman (1985) e adaptado por Frossard, Tekeley e Grimal (1994)

Reagentes:

- A) H_2O : Água ultrapura
- B) $NaHCO_3$ 0,5 mol L^{-1} : Dissolver 42,00 g de $NaHCO_3$ em 900 ml de H_2O deionizada. Ajustar o pH a 8,5 ($NaOH$ ou HCl) e completar o volume em balão (1 L).
- C) $NaOH$ 0,1 mol L^{-1} : Dissolver 4,00 g de $NaOH$ em 900 ml de H_2O deionizada. Completar o volume em balão (1 L).
- D) HCl 1 mol L^{-1} : Adicionar 84 ml de HCl concentrado em Becker de 1 L contendo 700 ml de H_2O deionizada. Completar o volume em balão (1 L).
- E) $NaOH$ 0,5 mol L^{-1} : Pesar 20,00 g de $NaOH$ em Becker de 1 L e dissolver com 900 ml de H_2O deionizada. Completar o volume em balão (1 L).
- F) $NaCl$ 0,5 mol L^{-1} : Pesar 29,25 g de $NaCl$ em Becker de 1 L e dissolver com 900 ml de H_2O deionizada. Completar o volume em balão (1 L).

Observação: Preparar solução de $NaHCO_3$ 0,5 mol L^{-1} antes do uso.

Procedimento:

- 1) pesar 0,5 g da amostra para tubo de centrífuga com tampa rosca;
- 2) adicionar 10 ml de H_2O ultrapura ou água deionizada;
- 3) agitar por 16 horas em agitador tipo Wagner, com regulagem de rotação para 33 rpm;
- 4) centrifugar a 4000-6000 rpm por 20-15 min;
- 5) armazenar o sobrenadante para determinação de Pi em H_2O (**Apêndice B**);
- 6) adicionar 10 ml de $NaHCO_3$ 0,1 mol L^{-1} ;
- 7) agitar manualmente até soltar a amostra do fundo do tubo;
- 8) agitar por 16 horas em agitador tipo Wagner, com regulagem de rotação para 33 rpm;
- 9) centrifugar a 4000-6000 rpm por 20-15 min;
- 10) armazenar o sobrenadante para determinação de Pi (**Apêndice C**) e Pt (**Apêndice D**);
- 11) adicionar 10 ml de $NaCl$ 0,5 mol L^{-1} para lavagem da amostra;
- 12) centrifugar à 4000-6000 rpm por 10-5 min e adicionar o sobrenadante ao extrato;
- 13) adicionar 10 ml de $NaOH$ 0,1 mol L^{-1} ;
- 14) agitar manualmente até soltar o solo do fundo do tubo;
- 15) agitar por 16 horas em agitador tipo Wagner, com regulagem de rotação para 33 rpm;
- 16) centrifugar a 4000-6000 rpm por 20-15 min;
- 17) armazenar o sobrenadante para determinação de Pi (**Apêndice C**) e Pt (**Apêndice D**);
- 18) adicionar 10 ml de $NaCl$ 0,5 mol L^{-1} para lavagem da amostra;

- 19) centrifugar à 4000-6000 rpm por 10-5 min e adicionar o sobrenadante ao extrato;
- 20) adicionar 10 ml de HCl 1,0 mol L⁻¹;
- 21) agitar manualmente até soltar o solo do fundo do tubo;
- 22) agitar por 16 horas em agitador tipo Wagner, com regulagem de rotação para 33 rpm;
- 23) centrifugar a 4000-6000 rpm por 20-15 min;
- 24) armazenar o sobrenadante para determinação de Pi (**Apêndice C**);
- 25) adicionar 10 ml de NaCl 0,5 mol L⁻¹ para lavagem da amostra;
- 26) centrifugar à 4000-6000 rpm por 10-5 min e adicionar o sobrenadante ao extrato;
- 27) adicionar 10 ml de NaOH 0,5 mol L⁻¹;
- 28) agitar manualmente até soltar o solo do fundo do tubo;
- 29) agitar por 16 horas em agitador tipo Wagner, com regulagem de rotação para 33 rpm;
- 30) centrifugar a 4000-6000 rpm por 20-15 min;
- 31) armazenar o sobrenadante para determinação de Pi (**Apêndice C**) e Pt (**Apêndice D**);
- 32) adicionar 10 ml de NaCl 0,5 mol L⁻¹ para lavagem da amostra;
- 33) centrifugar à 4000-6000 rpm por 10-5 min e adicionar o sobrenadante ao extrato;
- 34) secar o solo em estufa a 50° C, por aproximadamente 48 h, e realizar a digestão conforme

Apêndice E.

APÊNDICE B - Determinação de fósforo em extratos ácidos do solo
(MURPHY; RILEY, 1962)

Reagentes:

Solução A: Dissolver 15,35 g de $(\text{NH}_4)\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (molibdato de amônio) em 200 ml de H_2O deionizada em Becker de 500 ml. Dissolver 0,3511 g de $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (antimoniato de potássio) em 100 ml de H_2O deionizada em Becker de 200 ml. Colocar 300 ml de H_2O deionizada em Becker de 1 L (condicioná-lo em recipiente com gelo) e adicionar lentamente 178 ml de H_2SO_4 concentrado. Após esfriar, transferir para balão volumétrico de 1 L, adicionar as soluções de molibdato de amônio e antimoniato de potássio e completar o volume com H_2O destilada.

Solução B: Dissolver 1,356 g $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ (ácido ascórbico) em 100 ml de *Solução A* em balão volumétrico. Solução deve ser preparada no momento do uso.

NaOH 10 mol L⁻¹: Dissolver 400 g de NaOH em 600 ml de H_2O deionizada em Becker plástico de 1 L (acondicionar em gelo). Após esfriar, transferir para balão volumétrico de 1 L e ajustar o volume com H_2O deionizada. Armazenar em frasco plástico.

p-nitrofenol 0,25%: Dissolver 0,25 g de p-nitrofenol em 100 ml de H_2O deionizada em balão volumétrico. Armazenar a solução em geladeira e frasco escuro.

Procedimento:

- 1) Preparar extrato em copo de café (alíquota extrato + diluição com H_2O = 3 mL);
- 2) adicionar uma gota de p-nitrofenol 0,25%;
- 3) neutralizar a solução com NaOH 10 mol L⁻¹;
- 4) adicionar 0,5 ml de *Solução B*;
- 5) ler a absorvância no espectrofotômetro em 882 nm após 30 minutos.

**APÊNDICE C - Determinação de fósforo inorgânico em extratos alcalinos do solo
(DICK; TABATABAI, 1977)**

Reagentes:

Solução A: Dissolver 8,80 g de $C_6H_8O_6$ (ácido ascórbico) e 41,0 g de ácido tricloroacético (armazenado em geladeira) em 400 ml de H_2O deionizada em Becker de 500 ml. Transferir para balão volumétrico de 500 ml e ajustar o volume com H_2O deionizada. Preparar no momento do uso.

Solução B: Dissolver 6,20 g de $(NH_4)Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ (molibdato de amônio) em 400 ml de H_2O deionizada no Becker de 500 ml. Transferir para balão volumétrico de 500 ml e ajustar o volume com H_2O deionizada.

Solução C: Dissolver 29,40 g de citrato de sódio e 26,00 g de arsenito de sódio com 800 ml de H_2O deionizada em Becker de 1 L. Adicionar 50 ml de ácido acético glacial (99%). Transferir para balão volumétrico de 1 L e ajustar o volume com H_2O deionizada

Procedimento:

- 1) Preparar extrato em copo de café (alíquota extrato + diluição com H_2O = 4 mL);
- 2) adicionar 5 ml de *Solução A*;
- 3) adicionar $\pm$ 5 segundos após 1 ml de *Solução B*;
- 4) adicionar imediatamente após 2,5 ml de *Solução C*;
- 5) completar o volume até 12,5 ml;
- 6) ler a absorbância no espectrofotômetro em 700 nm após 15 minutos.

Observações: preparar padrões obedecendo mesmo procedimento adotado para as amostras (necessário obedecer o tempo e a sequência de adição das soluções).

APENDICE D - Digestão dos extratos alcalinos do solo (extraídos com NaOH e NaHCO₃) para análise do fósforo total
(USEPA, 1971)

Reagentes:

H₂SO₄ 50%: Adicionar, lentamente, 500 ml de H₂SO₄ concentrado em 500 ml de H₂O deionizada. Esperar esfriar, transferir para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com H₂O deionizada.

Persulfato de amônio 7,5% (m/v): Dissolver 75 g de persulfato de amônio (Merck[®]) em 800 ml de H₂O deionizada. Transferir para balão volumétrico de 1 L e completar o volume com H₂O deionizada.

Procedimento:

- 1) pipetar uma alíquota do extrato alcalino para tubo de digestão;
- 2) adicionar 10 ml de persulfato de amônio 7,5%;
- 3) adicionar 1 ml de H₂SO₄ 50%;
- 4) cobrir o tubo com papel alumínio;
- 5) colocar os tubos em recipiente maior e cobri-lo com papel alumínio;
- 6) autoclavar à 121°C e 103 kPa por 2 horas;
- 7) deixar esfriar e completar o volume para 15 ml;
- 8) Determinar fósforo conforme **Apêndice C**.

APÊNDICE E - Digestão do resíduo do solo para análise do fósforo residual do fracionamento

(adaptado de BROOKES; POWLSON, 1982)

Reagentes:

Solução $MgCl_2$ saturado: adicionar $MgCl_2$ (Merck[®]) em H_2O deionizada até a saturação da solução.

H_2SO_4 concentrado.

H_2O_2 concentrado (Merck[®])

Procedimento:

- 1) pesar 0,10 g da amostra em tubo de digestão;
- 2) adicionar 1 ml de $MgCl_2$ saturado;
- 3) adicionar 4 ml de H_2SO_4 conc.;
- 4) colocar funil de refluxo no tubo de digestão;
- 5) aquecer por 1 hora no bloco digestor a 200°C;
- 6) deixar esfriar e adicionar 2 ml de H_2O_2 conc.;
- 7) aquecer por 1 hora no bloco digestor a 100° C (Repetir passos “6” e “7”, caso a amostra não tenha clarificado);
- 8) deixar esfriar e completar o volume a 50 ml;
- 9) Determinar fósforo conforme **Apêndice C**.