# Universidade de São Paulo Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"

Alterações químicas no sistema solo-planta irrigado co	m efluente de
esgoto tratado no cultivo dos citros	

#### **Bruno Fernando Faria Pereira**

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

Piracicaba 2009

#### BRUNO FERNANDO FARIA PEREIRA Engenheiro Agrônomo

Alterações q	uímicas no	sistema	solo-planta	irrigado	com	efluente	de esgot	0
		tratado r	no cultivo do	os citros				

Orientador:

Prof. Dr. ADOLPHO JOSÉ MELFI

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

### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação DIVISÃO DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - ESALQ/USP

Pereira, Bruno Fernando Faria Alterações químicas no sistema solo-planta irrigado com efluente de esgoto tratado no cultivo dos citros / Bruno Fernando Faria Pereira. - - Piracicaba, 2009. 163 p.: il.

Tese (Doutorado) - - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", 2009. Bibliografia.

1. Efluentes 2. Laranja 3. Metais pesados 4. Pomelo 5. Química do solo 6. Reúso da água I. Título

> CDD 634.3 P436a

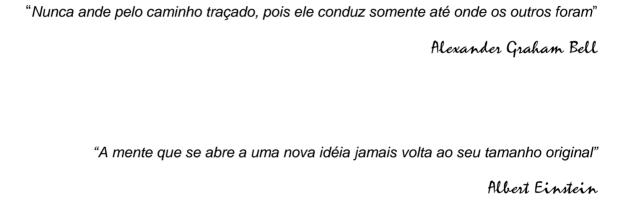
"Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte – O autor"

Aos meus familiares
Aos meus pais Jair e Cristina
Aos queridos Joana e Gabriel
À prof<sup>a</sup> Cleide Ap. de Abreu

**Dedico** 

#### **MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS**

- Ao prof. Dr. Adolpho J. Melfi pelo apoio e confiança;
- À prof<sup>a</sup>. Dra. Célia Montes pela receptividade e dedicação;
- Aos amigos, Dra. Sandra Nogueira e Dr. Uwe Herpin pelo apoio incondicional desde o início desta jornada;
- À Dra. Tamara Gomes pelos ensinamentos sobre irrigação;
- Ao IAC, Campinas; prof<sup>a</sup> Dra. Cleide A. de Abreu pelo ensinamento contínuo;
- Aos amigos da PG: Fernando Garbuio, Alessandra de Paula, Rafael Leal, Rafael Silva, Magnus Deon, Gabriel Bath, Julis Blum, Susana Blum e Carlos Juhász (*in memorian*);
- Aos estagiários: Eric Santos, Frederico Ramos, Roberta Santin, Adriano Lenin, Yuri Marasco, Diego Moreira, Rodrigo Neri, Bruno Campos, Bruno Castro, Bruno Galli;
- Ao Núcleo de Pesquisa em Geoquímica e Geofísica da Litosfera NUPEGEL-USP pelas facilidades laboratoriais e aos funcionários Paulo, Clotilde, Sérgio e Elizete;
- Ao Depto de Ciência do Solo Esalq/USP: Luis Silva, Marta de Campos, Nancy Amaral, Dorival Grissoto e facilidades laboratoriais oferecidas.
- POLI/USP; prof. Dr. Roqui Pivelli, Gilberto Sundefeld, Silvana Cutulo;
- Ao Lab. de ecologia isotópica, CENA/USP; prof. Dr. Plínio Barbosa e Maria A. Perez, Gustavo, Alexandra, Fabiana, Maíra, José Mauro, Michela, Felipe, Sandra, Jadson e Eraklito;
- Aos amigos Milton F. Moraes, Marcos Schaaf, Thiago Nogueira, Jerônimo dos Santos, Inocêncio de Oliveira e Diego Soriano;
- Ao Dpto. de Prod. Vegetal Esalq/USP: prof. Dr. Francisco Mourão Filho, Horst Bremer, prof. Dr. Ricardo Victoria e equipe de campo;
- Às prof<sup>as</sup>. Dra. Marineia Haad e Dra. Sônia Piedade pelas orientações sobre as análises estatísticas;
- À prof<sup>a</sup> Fabiana Aoki pela revisão ortográfica;
- Ao CENA/USP: prof. Dr. Eurípedes Malavolta (*in memorian*), Cleusa Pereira, André Reis e José Lavres;
- Ao Lab. de nutrição mineral de plantas Esalq/USP: prof. Dr. Fco Monteiro e técnicas Lúcia, Lurdes e Néia;
- À Universidade da Flórida: prof. Dr. Zhenli He, prof. Dr. Peter Stoffella e Douglas Banks;
- À Divisão de biblioteca e documentação: Silvia Zinsly;
- Williasom Cattle Company; ao sr. Sunny Williamson;
- À Estação de tratamento de esgoto SEMAE-Piracicamirim: Ronaldo, Liliane, Edivaldo e João Marconato;
- À Estação de tratamento de esgoto da cidade de Okeechobee FL USA: Jamie Gamiotea;
- À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (06/56419-6).



### SUMÁRIO

RESUMO	13
ABSTRACT	15
1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
2.1 Produção de efluente de esgoto tratado e irrigação agrícola	21
2.2 Características químicas do efluente de esgoto tratado	23
2.3 Influência da irrigação com efluente de esgoto tratado no solo	24
2.4 Influência da irrigação com efluente de esgoto tratado nas plantas	25
2.5 Irrigação com efluente de esgoto tratado no cultivo dos citros	26
3 ALTERAÇÕES QUÍMICAS NO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE LARANJEIRA 'VALÊNCIA' IRRIGADA COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATADO	29
Resumo	29
Abstract	30
3.1 Introdução	31
3.2 Material e métodos	32
3.2.1 Campo experimental	32
3.2.2 Transplantio de mudas, adubação e tratos culturais	33
3.2.3 Delineamento experimental	35
3.2.4 Efluente de esgoto tratado e manejo da irrigação	35
3.2.5 Amostragem e análise do solo e do efluente de esgoto tratado	37
3.2.6 Amostragem e análise de planta	39
3.2.7 Análise estatística	40
3.3 Resultados e discussão	41
3.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e valor nutricional	41

3.3.2 Fertilidade do solo	51
3.3.2.1 Acidez do solo	58
3.3.2.2 Enxofre e potássio no solo	62
3.3.2.3 Boro, cobre e chumbo no solo	64
3.3.2.4 Sódio no solo	69
3.3.2.5 Saturação por bases	72
3.3.3 Nutrição da planta	74
3.3.3.1 Nitrogênio, fósforo, potássio e enxofre foliar	76
3.3.3.2 Boro, ferro, manganês e zinco foliar	83
3.3.3.3 Alumínio, cromo e sódio foliar	88
3.3.4 Altura e diâmetro das plantas	91
3.4 Conclusões	94
Referências	95
4 IRRIGAÇÃO DE LONGO PRAZO COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATA E OS EFEITOS NA FERTILIDADE DO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE	
POMELEIROS – C, N, P, K E Na	
Resumo	
Abstract	110
4.1 Introdução	111
4.2 Material e métodos	112
4.2.1 Descrição da área	112
4.2.2 Amostragem e análise do solo	113
4.2.3 Amostragem e análise de folhas	114
4.2.4 Amostragem e análise do efluente de esgoto e água	115
4.2.5 Análise estatística	115
4.3 Resultados	116

4.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e nutrientes	
adicionados no solo	. 116
4.3.2 Fertilidade do Solo	. 119
4.3.3 Nutrição da planta	. 122
4.4 Discussão	. 123
4.4.1 Fertilidade do solo	. 123
4.4.2 Nutrição da planta	. 127
4.5 Conclusões	. 129
Referências	. 130
5 IRRIGAÇÃO DE LONGO PRAZO COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATADO E OS EFEITOS NA FERTILIDADE DO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE	127
POMELEIROS – Ca, Mg, S MICRONUTRIENTES E METAIS PESADOS	
Resumo	
Abstract	. 138
5.1 Introdução	. 139
5.2 Material e métodos	. 141
5.2.1Descrição da área	. 141
5.2.2 Amostragem e análise do solo	. 141
5.2.3 Amostragem e análise de folhas	. 141
5.2.4 Amostragem e análise do efluente de esgoto e água	. 142
5.2.5 Análise estatística	. 142
5.3 Resultados	. 142
5.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e nutrientes adicionados no solo	. 142
5.3.2 Fertilidade do solo	. 144
5.3.3 Nutrição da planta	. 148
5.4 Discussão	. 149

.4.1 Fertilidade do solo1	49
.4.4 Nutrição da planta1	54
.5 Conclusões1	56
Referências1	57
CONSIDERAÇÕES FINAIS1	63

#### **RESUMO**

## Alterações químicas no sistema solo-planta irrigado com efluente de esgoto tratado no cultivo dos citros

Em dois agroecossistemas distintos (Piracicaba, SP, Brasil e Okeechobee, FL, EUA) cultivados com citros objetivou-se avaliar: i) a concentração de nutrientes, metais pesados no efluente de esgoto tratado (EET) e sua qualidade para o uso agrícola, e; ii) os efeitos da irrigação com EET na fertilidade do solo e nutrição das plantas. Em Piracicaba, SP, foi conduzido um experimento com três blocos casualizados e cinco tratamentos. Quatro lâminas de irrigação distintas com EET foram aplicadas durante 21 meses em laranjeiras [Citrus sinensis (L.) Osb.] sobre Citrus paradisi Macfad. x Poncirus trifoliata Raf] com base na evapotranspiração da cultura (ETc) sendo: 100%, 125%, 150% e 200% da ETc, além do tratamento sem irrigação (0%). Em Okeechobee, FL, foi realizado um estudo de caso em um pomar comercial cultivado com pomeleiros [(Citrus paradise Macf.) sobre (Citrus aurantium L.)]. Neste local comparou-se dois talhões; um irrigado com EET (durante 11 anos) e outro irrigado com água. Os EETs utilizados nos dois estudos apresentaram qualidade satisfatória para o uso agrícola (FAO, 1992). No primeiro agroecossistema houve correlação negativa entre as lâminas de irrigação com EET e a acidez ativa, acidez potencial, saturação por alumínio e os teores de K trocável e Pb disponível. Por outro lado, correlações positivas foram encontradas entre S, B, Cu e Na no solo e as lâminas de irrigação. Comparando-se a lâmina de irrigação 100% da ETc e o controle (0%), houve um aumento na abundância natural de <sup>15</sup>N e nas concentrações de S, B e Na, e um decréscimo de P, K, Mn, Al e Cr nas folhas. As menores concentrações destes elementos foram associadas às lâminas excessivas (> 100% da ETc). A influência máxima das lâminas de irrigação com EET na altura das plantas foi obtida entre as lâminas 93 e 107% da ETc. Quanto ao segundo agroecossistema, houve um aumento na concentração de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Mg, S, B, Cl, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn disponíveis no solo após 11 anos de irrigação com EET. Já no tecido foliar houve um acréscimo de Ca, Mg, B, Fe, Cu, Mn, Ni, e Zn. As concentrações de Cd, Co, Mo e Pb foram encontradas abaixo do limite de detecção no tecido foliar. O efeito do EET é pronunciado no longo prazo, e pode suprir parcialmente alguns nutrientes do programa de adubação. Mesmo após longo período de irrigação com EET, o risco de salinização do solo e acúmulo de metais pesados parecem mínimos. Com base nestes resultados fica evidente que além de ser uma fonte alternativa de água, o EET influencia positivamente na fertilidade do solo e nutrição dos citros.

**Palavras-chave:** Efluente; Metais Pesados; Reuso de Água; Especiação Iônica; Laranja; Pomelo

#### ABSTRACT

### Chemical changes in the soil-plan system irrigated with reclaimed wastewater on citrus crop

Considering two different agroecosystems (Piracicaba, SP, Brazil and Okeechobee, FL, USA) cultivated with citrus, the objectives of the study were to evaluate: i) the concentration of nutrients, heavy metals in reclaimed wastewater (RWW) and its quality for the agricultural use; and ii) the effects of RWW irrigation on soil fertility and plant nutrition. At Piracicaba, SP, an experiment were carried out with three randomized blocks and five treatments. Four different RWW irrigation rates were applied over 21 months, in orange trees [Citrus sinensis (L.) Osb] on Citrus paradisi Macfad. x Poncirus trifoliata Raf], based on crop evapotranspiration (ETc): 100%, 125%, 150% and 200% of ETc as well as a treatment without irrigation (0%). At Okeechobee, FL, a survey study was carried out in a commercial citrus grove cultivated with grapefruit [(Citrus paradise Macf.) on (Citrus aurantium L.)]. At this site two citrus blocks were compared; one irrigated with RWW (11 years) and the other with well water. The RWW used in both studies displayed satisfactory quality for the agricultural use (FAO, 1992). The first agroecosystem had negative correlation between RWW irrigation rates and active acidity, potential acidity, aluminum saturation, exchangeable K and available Pb. Whereas positive correlations were found for S, B, Cu and Na in soil with RWW rates. Comparing the irrigation rate of 100% of ETc with the control plot (0%), increasing contents of N, <sup>15</sup>N, S, B, and decreasing contents of P, K, Mn, Al and Cr were observed in the leaf tissue. Lower concentrations of these elements were associated with the over irrigation rates (> 100% of ETc). The greatest effect of the irrigation rates on plants height was found between 93 and 107% of ETc. At the second agroecosystem, increasing concentration of NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Mg, S, B, Cl, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni and Zn in soil were found after 11 years of RWW irrigation. In leaf tissue also increasing concentrations of Ca, Mg, B, Fe, Cu, Mn, Ni and Zn were determined. Concentration of Cd, Co, Mo and Pb were below the detection limit of detection in the leaf tissue. The effects of the RWW irrigation are pronounced after long term application, and can partially supply some nutrients from the fertilization program. Even after long term RWW irrigation, the risks of soil salinization and heavy metals accumulation can be considered as low. The results highlight that besides an alternative waster source, RWW can provide benefits on soil fertility and citrus nutrition.

**Keywords:** Wastewater; Heavy Metals; Water Reuse; Ionic Speciation; Orange; Grapefruit

#### 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, um dos maiores desafios para a humanidade é conviver com a escassez de água, resultante da conjunção de vários fatores ligados ao aumento populacional, provocando uma maior demanda, à heterogeneidade de sua distribuição, ao uso irracional, à contaminação e poluição de mananciais. No Brasil, aproximadamente 70% da água doce é consumida pela agricultura (ITABORAHY et al., 2004). Estima-se ainda que a demanda por alimentos duplique entre os anos de 1991 e 2030 (DAILY et al., 1998). Nos próximos 50 anos, mais de 40% da população mundial enfrentará problemas com a escassez de água (WHO, 2006). Assim, não só o consumo de água, como o de outros recursos naturais, como minério para produção de fertilizantes químicos, tenderão a crescer.

Buscando a produção sustentável de alimentos e a preservação dos recursos naturais, algumas estratégias foram estabelecidas pela FAO (Food and Agriculture Organization) (FAO, 2004). Dentre elas, destacam-se o uso de técnicas simples e de baixo custo, como adubação verde, rotação de culturas, sistemas agroflorestais, e ainda, o aumento da irrigação e da fertilidade do solo. O efluente de esgoto tratado (EET) pode ser utilizado para a irrigação de terras agrícolas, aumentando a disponibilidade de água doce para utilização urbana e ainda melhorarando a fertilidade do solo com o fornecimento de nutrientes. Ainda no contexto da sustentabilidade, na Agenda 21, no capítulo que se refere ao manejo ambiental adequado de esgoto e resíduos sólidos, destaca-se a necessidade da maximização do reuso e reciclagem, dentre outras formas, por meio do desenvolvimento e aperfeiçoamento de tecnologias adequadas (United Nations, 1992).

O volume de EET gerado pelos municípios tem crescido em todo Brasil. Apenas a Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (Sabesp) trata, em suas 435 ETEs (estação de tratamento de esgoto), cerca de 37.400 L s<sup>-1</sup> de esgoto. Das 435 ETEs, 345 estão localizadas no interior de São Paulo e são capazes de produzir aproximadamente 10.000 L s<sup>-1</sup> de EET (SABESP, 2009). O EET deve possuir a concentração de elementos como N, B, Cu, Fe, Mn, Zn e outros, dentro dos limites permitidos pela resolução CONAMA nº 357/2005 (CONAMA, 2005), que estabelece os

padrões mínimos para o lançamento do EET em corpos d'água. Este EET, rico em nutrientes, quase sempre tem como destino final os corpos d'água, sendo fonte de contaminação devido à eutroficação de rios, mares e lagos.

Uma boa estratégia para o destino final do EET é a sua utilização em solos agrícolas. O uso do EET na agricultura aumentou significativamente nas últimas décadas devido às seguintes razões (HESPANHOL, 2006): i) dificuldade em identificar novas fontes alternativas de água para irrigação; ii) custo elevado de fertilizantes; iii) maior segurança em relação aos riscos à saúde pública e de impactos sobre o solo, desde que as devidas precauções sejam tomadas; iv) custos elevados dos sistemas de tratamento necessários para descarga de EET em corpos receptores; v) aceitação sociocultural da prática do reuso agrícola; vi) reconhecimento do valor da prática pelos órgãos gestores de recursos hídricos.

O uso da irrigação na citricultura vem crescendo no Estado de São Paulo devido aos diversos benefícios trazidos. Contudo, os problemas relacionados à quantidade e qualidade dos recursos hídricos, principalmente neste Estado são crescentes. A sustentabilidade da produção de alimentos não poderá ser mantida sem o desenvolvimento de novas fontes de suprimento de água e sem uma gestão adequada dos recursos hídricos convencionais (HESPANHOL, 2006).

Alguns trabalhos demonstraram os benefícios relacionados à irrigação com EET no cultivo dos citros (KOO; ZEKRI, 1989; MAURER; DAVIES, 1993; ZEKRI; KOO, 1994; REBOLL et al., 2000; PARSONS et al., 2001; PARSONS; WHEATON; CASTLE, 2001; MORGAN et al., 2008; PEDRERO; ALARCON, 2009). Contudo, no Brasil, estudos sobre a irrigação com EET na cultura dos citros e suas relações no sistema solo-planta são incipientes.

O Estado da Flórida, EUA, faz uso da irrigação com EET desde os anos 60 (TOOR; RAINEY, 2009), sendo esta prática tradicional na produção de citros. Portanto, a existência de áreas cultivadas com citros e irrigadas com EET no longo prazo, justificou a realização de um estudo de caso (Capítulos 4 e 5) no Estado da Flórida.

Este trabalho foi escrito em seis capítulos. O primeiro capítulo trata da presente introdução. O segundo capítulo é uma revisão de literatura sobre o uso de EET na agricultura. O terceiro capítulo refere-se a um experimento, realizado em Piracicaba, SP

– BR, que avaliou a influência de diferentes volumes de lâminas de irrigação com EET no sistema solo-planta. Já o quarto e quinto capítulos tratam de um estudo de caso, realizado na cidade de Okeechobee, FL – EUA, em uma fazenda comercial produtora de pomelos, onde os efeitos da irrigação com EET e água, no sistema solo-planta, foram comparados. O sexto capítulo relata sobre as considerações finais.

Diante do exposto, em dois agroecossistemas distintos (Piracicaba, SP - BR e Okeechobee, FL - EUA), cultivados com citros, os objetivos gerais deste trabalho foram;

- i) Caracterizar quimicamente o EET visando o uso agrícola;
- ii) Avaliar os efeitos da irrigação com EET nas propriedades químicas do solo, bem como as modificações no estado nutricional dos citros.

#### 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Produção de efluente de esgoto tratado e irrigação agrícola

Desde o tempo em que as pessoas começaram a viver em comunidade, a disposição de resíduos humanos tem sido um problema ambiental. Cidades medievais eram frequentemente sujas, mal cheirosas, anti-higiênicas e os resíduos sólidos e líquidos eram comumente deixados nas vias públicas (HESTER; HARRISON, 1995). O inadequado tratamento de esgoto pode causar enormes prejuízos econômicos, culturais e à saúde humana.

No Brasil, apesar do considerável avanço apresentado nestes últimos anos pelo sistema de coleta e tratamento de esgoto, o país encontra-se ainda em uma situação sanitária bastante precária. Estudos revelam que entre os anos de 1989 e 2000 houve um aumento de 77,4% no tratamento de esgoto coletado, passando de 19,9% para 35,3% do total de municípios (IBGE, 2000). Aproximadamente dois terços da população mundial ainda não possui formas para disposição de excrementos e meios para disposição de esgoto (ROSE, 1999). Por esta razão, o volume de esgoto tratado no mundo deve aumentar principalmente em nações sub-desenvolvidas e em desenvolvimento, como tem acontecido no Brasil. Além disto, com o aumento da população, aumenta-se a demanda por água potável, como também o volume de EET gerado (QIAN; MECHAM, 2005).

Um dos maiores desafios para as estações de tratamento de esgoto está no destino final de seus resíduos. Este tratamento gera três subprodutos: biogás, biossólido e o EET. O EET pode ser reutilizado como água municipal de uso não potável, água para abastecimento público, água para piscicultura e água para utilização em finalidades secundárias (BRAILE; CAVALCANTI, 1979). O uso de EET tem aumentado principalmente devido à elevada demanda mundial por água, principalmente em países com severo déficit hídrico como Arábia Saudita e Israel (TANJI, 1997; TOZE, 2006).

No Brasil, mesmo com a elevada disponibilidade de recurso hídricos, nota-se também que crescem os problemas em relação à escassez de água, que atingem

certas regiões. Estes problemas estão relacionados, principalmente, à combinação do crescimento exagerado de demandas localizadas e a degradação da qualidade das águas a níveis nunca imagináveis (REBOUÇAS, 2002). E ainda, embora haja um grande volume de água doce de superfície em território nacional, principalmente na região amazônica, a maior demanda por recursos hídricos está concentrada na região sudeste, que possui maior concentração de indústrias e elevada densidade demográfica.

A aplicação de esgoto bruto no solo é a forma mais antiga de tratamento, destino final e/ou reciclagem do esgoto. Evidências históricas sugerem que os povos da antiga Grécia foram os primeiros a usar esgoto na produção agrícola, em 3500 A.C. por questões sanitárias, devido aos nutrientes e o aumento de produtividade (TZANAKAKIS; PARANYCHIANAKIS; ANGELAKIS, 2007). Outros exemplos mais antigos do uso de esgoto na agricultura datam de 1531 e 1650, em Bunzlau, na Alemanha, e em Edinburgh, na Escócia, respectivamente (FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991).

Diante da escassez dos recursos hídricos e da crescente produção de esgoto urbano, atualmente, a irrigação com EET tem ressurgido como uma alternativa viável e vem se expandindo em várias regiões do mundo. Na China, existem aproximadamente 1.330.000 ha irrigados com esgoto sanitário e em Israel, 10.000 ha. Neste último país, estima-se que por volta de 2010, 30% da água utilizada na agricultura será proveniente de EET (BASTOS, 2003). O Estado da Flórida (EUA) atualmente possui uma área total de 115.478 ha irrigada com EET. Deste total, as áreas agrícolas representam 11%. O restante somam-se áreas como os campos de golfe, residenciais, parques, recarga de aquíferos, áreas industriais e outros (TOO; RAINEY, 2009).

Esta técnica vem se difundindo gradualmente em diversas regiões do mundo por seus diversos benefícios: i) além de ser fonte de água para irrigação, o EET pode fornecer grandes quantidades de nutrientes às plantas, ii) contribui para atenuar o problema da escassez de água, iii) disponibiliza grandes quantidades de água para irrigação o ano inteiro, iv) economiza água de maior qualidade para uso potável, v) proporciona vantagem econômica principalmente pelo conteúdo de nutrientes no EET (LUBELLO et al., 2004). Barton, et al. (2005) destacam que esta prática é particularmente atrativa quando a falta de água e/ou nutrientes limitam a produção.

#### 2.2 Características químicas do efluente de esgoto tratado

A quantidade de nutrientes encontrados no EET pode variar em função da composição do esgoto e do tipo de tratamento por ele sofrido. De forma geral, a concentração de nutrientes (N, P, K, Ca, Mg, B e Cl) e de elementos tóxicos (Al, As, Cd, Cr, Hg e Pb), para as plantas, no EET varia amplamente. Nos EUA sabe-se que o esgoto tratado possui uma concentração de N média de 25 mg L<sup>-1</sup> e de 30 mg L<sup>-1</sup> de P total (ASANO; SMITH; TCHBANOGLOUS, 1985). Já no Brasil, a concentração média de N e P, encontrados no EET de 166 estações de tratamento de esgoto nos Estados de São Paulo e Minas Gerais, variaram de 22 a 61 mg L<sup>-1</sup> de N e 1 a 6 mg L<sup>-1</sup> de P (OLIVEIRA; von SPERLING, 2005). Conforme Feigin; Ravina e Shalhevet (1991), geralmente a concentração de N no EET varia de 10-60 mg L<sup>-1</sup>, com 80% na forma de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e o restante nas formas NO<sub>3</sub><sup>-</sup> e NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. A concentração de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> raramente ultrapassa 1,0 mg L<sup>-1</sup>. A concentração de P encontrada varia entre 5 e 17 mg L<sup>-1</sup>, ocorrendo comumente como PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, sendo HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup> a forma predominante. Já a concentração de K no EET varia entre 10 e 40 mg L<sup>-1</sup>.

Alguns metais pesados como Cd, Cr, Hg e Pb também podem ser encontrados no EET, porém, em concentrações muito baixas, pelo fato da maior parte ficar retida no lodo de esgoto onde permanece associado à matéria orgânica. Sódio e outros sais estão presentes em elevadas concentrações no esgoto e, devido à elevada solubilidade, são persistentes no EET, exigindo grandes esforços e investimentos para redução de suas concentrações (TOZE, 2006).

Pesquisas estão sendo realizadas para o aprimoramento técnico da irrigação com EET em culturas agrícolas. Nestes estudos, observam-se modificações físicas e/ou químicas no solo e planta. Estas modificações variaram principalmente em função da composição e da lâmina de irrigação do EET aplicado, tipo de solos e planta.

#### 2.3 Influência da irrigação com efluente de esgoto tratado no solo

Os principais atributos do solo afetados pela irrigação com EET são: razão de infiltração, condutividade hidráulica, densidade, porosidade, pH e conteúdo de nutrientes (GUO; SIMS, 2003).

Sabe-se que os efeitos da irrigação com EET nos solos são mais pronunciados após longos períodos de irrigação. Rattan et al. (2005) observaram, após 20 anos de irrigação por canais, um aumento de 38-79% no carbono orgânico do solo, e um decréscimo de 0,4 unidade do valor do pH do solo, bem como um aumento nos teores de micronutrientes no solo - Zn (208%), Cu (170%), Fe (170%) e Ni (63%).

Entretanto, mudanças verificadas no curto prazo também foram observadas. Barton et al. (2005), irrigando, durante dois anos, um solo com EET, observaram um aumento de 746 a 815 kg ha<sup>-1</sup> de N e de 283 a 331 kg ha<sup>-1</sup> de P. Menos da metade do N aplicado estava na forma inorgânica e mais de 70% do fósforo estava na forma prontamente disponível. Qian e Mecham (2005) relataram um aumento de 200% de Na trocável, 24% de Ca trocável, 0,3 unidades no valor do pH e 12% na CTC. Azevedo e Oliveira (2005) verificaram além do aumento na CTC do solo, uma elevação nos teores de P, K e matéria orgânica do solo. Fonseca; Melfi e Montes (2005a) observaram que a aplicação de EET reduziu o efeito da acidez causada pela adubação nitrogenada mineral, induziu o aumento da condutividade elétrica e da saturação por bases em um Latossolo Vermelho. Santos (2004) observou um aumento no teor de Al trocável, de um Argissolo Vermelho, após 6 meses de irrigação com EET. Entretanto, não houve prejuízo na produção de matéria seca do capim Tifton-85 irrigado.

Testando lâminas excessivas de irrigação de 100 até 200% da evapotranspiração da cultura da cana-de-açúcar, Leal et al. (2009a) observaram aumentos no teor de Na trocável de 2,4 para 6,0 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>, na razão de adsorção de sódio (RAS) de 3,6 para 12 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup> e a porcentagem de sódio trocável (PST) de 8 para 18%, corroborando com os dados obtidos por Herpin et al. (2007). Gloaguen et al. (2007) observaram o aumento da RAS, da condutividade elétrica (CE), além de um leve aumento do pH. Leal et al. (2009b) concluíram que houve adição de Na, N e K no solo, sob irrigação com EET, cultivado com cana-de-açúcar. Recentemente, Nogueira (2008) constatou o

enriquecimento na abundância natural de <sup>15</sup>N no solo e nas folhas de capim irrigado com EET. Paula (2008) observou um aumento na concentração de Ca e Na trocáveis, e uma redução da acidez ativa e dos teores de Mg e K trocáveis em um Argissolo Vermelho. Além disto, relatou um aumento do potencial metabólico dos microrganismo no solo após a irrigação com EET.

#### 2.4 Influência da irrigação com efluente de esgoto tratado nas plantas

Diversos trabalhos internacionais demonstraram a influência do EET na nutrição de plantas. Após um ano de aplicação de EET em roseira cultivada em fibra de coco, não foram observadas alterações no comprimento das plantas, coloração e diâmetro das flores, bem como na concentração de N, P, K, Ca e Mg nas folhas (NIRIT et al., 2006). Por outro lado, houve um aumento de concentração no tecido foliar de 24%, 26%, 39% e 47% para Mn, Cu, B e Cl, respectivamente. Outros estudos mostraram que a concentração de N e P nas folhas e frutos de berinjela que receberam EET foram superiores às das plantas irrigadas com água (AL-NAKSHABANDI et al., 1997). Barton et al. (2005) notaram, um aumento de 186 para 437 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de N e de 40 para 88 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de P em duas espécies de gramíneas, cultivadas em quatro tipos de solos distintos, irrigados durante dois anos com 2300 mm ano<sup>-1</sup> de EET.

No Brasil, algumas pesquisas foram conduzidas para avaliar o efeito da irrigação com EET em solo agrícola e sua influência nas plantas. Azevedo e Oliveira (2005) observaram que a irrigação com EET, quando comparado com a testemunha, aumentou em 47% o peso do pepino fresco. Em condições de casa de vegetação, Fonseca; Melfi e Montes (2005b) compararam a aplicação de EET, água pura e adubação com o N mineral (uréia) na cultura de milho. Esses autores concluíram que o EET substituiu totalmente a irrigação com água e supriu parcialmente as necessidades da fertilização mineral nitrogenada da cultura. Eles não relataram alteração no acúmulo de S, B, Cu, Fe e Mn na parte aérea do milho, embora tenham encontrado um pequeno decréscimo de Zn. Além disso, o Na aumentou 15 vezes no solo e de 100 vezes na planta.

Outros resultados sobre a utilização agrícola do EET são encontrados em publicações elaboradas pelo PROSAB – Programa de Pesquisas em Saneamento

Básico e NUPEGEL (Núcleo de Pesquisa em Geoquímica e Geofísica da Litosfera)/USP. Piveli e Mendonça (2003) conduzindo experimentos com EET nas culturas de milho e de girassol, e concluíram que a irrigação com EET aumentou o índice de área foliar, a massa seca da parte aérea e a produtividade de grãos na cultura do milho. Marques et al. (2003) apresentaram resultados de experimentos com diversas culturas agrícolas: algodão, girassol, mamona, milho, sorgo forrageiro e pimentão, conduzidos pelas instituições como: USP, UNICAMP, UFCG, UFPE, UFRN e UFV. Esses autores relatam que o EET tem potencial para substituir a adubação nitrogenada convencional, pois não houve efeito negativo da aplicação de EET na porcentagem de germinação e na velocidade de emergência de plântulas, embora a produtividade das culturas tenha sido ligeiramente inferior quando comparadas com as plantas irrigadas com água convencional. Fonseca (2005) concluiu que a irrigação com EET em substituição à água potável levou a uma economia de 32 a 81% na dose de fertilizante nitrogenado mineral necessário para o alto rendimento produtivo de capim Tifton-85, sem ocasionar alterações negativas no solo e planta.

#### 2.5 Irrigação com efluente de esgoto tratado no cultivo dos citros

Existem poucos trabalhos no mundo envolvendo a irrigação com EET na cultura de citros, principalmente a respeito de sua influência no estado nutricional das plantas. Na Espanha, Reboll et al. (2000) compararam, durante três anos, a irrigação com EET e com água subterrânea, (3500 mm ha-1 ano-1) em um pomar jovem de laranjeira 'Navelina' (*Citrus sinensis* L. Osbeck). As concentrações de N, K, Na, Mg e B mantiveram-se constantes conforme análise foliar. Mesmo com a concentração de B no EET maior do que 1 mg L-1, considerada de risco (USEPA, 2004) para o desenvolvimento vegetativo da cultura do citros, os teores foliares deste elemento permaneceram abaixo do nível considerado tóxico (> 260 mg kg-1). Houve um aumento na concentração do cloro foliar, contudo seu nível estava abaixo do tóxico para a cultura. Reboll et al. (2000) não constataram diferenças significativas para altura, diâmetro do tronco e da copa das árvores.

A maior quantidade de trabalhos publicados sobre o reuso de EET na cultura de citros provém do projeto *Water Conserv II*, conduzido pela Universidade da Flórida-EUA.

Conforme Parsons et al. (2001), este é o maior projeto do mundo sobre a irrigação agrícola com EET na cultura dos citros, possuindo mais de 1.700 ha. Nas condições estudadas por estes autores, o EET não pode suprir completamente as necessidades nutricionais do citros, entretanto, supriu completamente toda necessidade de Ca, P e B exigidos pela cultura.

Parsons; Wheaton e Castle (2001) testaram as lâminas de 400, 1250 e 2500 mm ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de EET para irrigação em laranja 'Hamlin' e tangelo 'Orlando' combinados com quatro diferentes porta enxertos. As plantas que receberam 1250 e 2500 mm ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de EET apresentaram tamanho de copa significativamente maiores. As plantas que receberam 2500 mm ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de EET produziram 19% a mais do que as plantas que receberam 400 mm ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de EET. Um estudo recente, envolvendo pomares abastecidos pelo Water Conserv II, revelou que a aparência das árvores, o diâmetro de copa, e a cor de folha foram superiores nos talhões irrigados com EET (MORGAN et al., 2008). Além disto, a adição de Mg e B foram suprimidos do programa de adubação dos pomares irrigados com EET e a concentração de P e Ca foram significativamente maiores no solo. Entretanto, nessa pesquisa observou-se um grande aumento na população de plantas invasoras, bem como no teores de Na e de Cl no solo. Outros estudos, também provenientes do Water Conserv II, demonstraram que a irrigação com EET pode suprir 65% da necessidade de N na produção de pomelo quando aplicado em elevadas doses (1219-1828 mm ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>) (MAURER: DAVIES, 1993). Após um pomar de citros ter recebido irrigação com EET durante seis anos, Zekri e Koo (1994) não encontraram diferença significativa no teor de N, K e Ca foliar. Conforme os autores, esse resultado provavelmente deve-se ao programa de fertilização previamente empregado no pomar. Eles observaram ainda que as concentrações foliares de P, B, Na, e Cl aumentaram com a aplicação do EET.

Estudos apontam a adição de micronutrientes no solo via irrigação com EET. Este fato pode ser bastante atrativo para solos tropicais, pois, eles são frequentemente pobres em B, Cu, Mo e Zn (VLEK, 1985). Recentemente, Morgan et al. (2008) indicaram que a irrigação de laranjeiras com EET, eliminou totalmente a necessidade da adubação foliar anual contendo B.

Diante do exposto, observa-se o grande potencial do uso de EET para irrigação da cultura da laranja no Brasil, buscando principalmente fornecer água e nutrientes, minimizando assim, o impacto ambiental causado pela disposição de EET nos corpos d'água, bem como contribuindo com o aumento da disponibilidade de água doce para outros fins. No entanto, como dito anteriormente, os estudos envolvendo a irrigação de EET na citricultura, de um modo geral, são incipientes e carecem de informações mais aprofundadas.

### 3 ALTERAÇÕES QUÍMICAS NO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE LARANJEIRA 'VALÊNCIA' IRRIGADA COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATADO

#### Resumo

Com este estudo objetivou-se: (i) caracterizar quimicamente o EET quanto à concentração de macronutrientes, micronutrientes e elementos tóxicos, visando sua utilização na agricultura, e; (ii) avaliar os impactos de lâminas crescentes de irrigação com EET nos teores de macronutrientes, micronutrientes e elementos tóxicos no solo e planta. Mudas de laranjeiras [Citrus sinensis (L.) Osbeck sobre (Citrus paradisi Macf. x Poncirus trifoliata Raf)] foram transplantadas em espacamento 6 x 4 m. O delineamento experimental foi em blocos casualizados com três repetições e cinco tratamentos. Quatro lâminas de irrigação com EET foram aplicadas por sistema de gotejamento, durante 21 meses, com base na evapotranspiração da cultura (ETc) - 100%, 125%, 150% e 200% da ETc, além do tratamento sem irrigação (0%). Durante o experimento foram realizadas amostragens e análises periódicas de solo, de folhas, do EET, bem como avaliadas a altura e diâmetro das plantas. O EET utilizado possuiu composição química adequada para o uso agrícola (FAO, 1992), e forneceu o equivalente a 32 e 14% da necessidade de N para laranjeira no primeiro e segundo ano de cultivo. respectivamente. Os nutrientes fornecidos para as plantas via irrigação com EET apresentaram-se, na maior parte, nas formas iônicas disponíveis às plantas como: HPO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (50%), NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (98%), K<sup>+</sup> (99%), Ca<sup>2+</sup> (81%), Mg<sup>2+</sup> (88%), SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (93%). A acidez ativa, a acidez potencial, a saturação por alumínio, o K e o Pb no solo apresentaram correlação negativa com as lâminas de irrigação. Já o S, B, Cu, Na no solo tiveram correlação positiva. Comparando-se a lâmina de irrigação 100% da ETc com o controle (0%) houve um aumento de N (7,53%), <sup>15</sup>N (21%), S (41%), B (16%) e Na (100%) nas folhas. Observou-se ainda uma diminuição na concentração de P (21%), K (7.5%), Fe (11%), Mn (30%), Al (23%) e Cr (6,4%). As menores concentrações destes elementos foram associadas às lâminas excessivas (> 100% da ETc), exceto para o Fe. Até os nove meses de irrigação, as lâminas crescentes com EET tiveram efeito linear positivo sobre a altura e diâmetro das plantas. Todavia, aos quatorze meses as lâminas excessivas reduziram discretamente a altura e o diâmetro das plantas irrigadas. Embora tenha ocorrido uma diminuição nos teores de P e de K no tecido foliar, de forma geral, os benefícios da irrigação com EET predominaram sobre estas diminuições. Com base nos resultados obtidos conclui-se que o EET adiciona quantidades significativas de nutrientes no solo, além de contribuir para a redução de acidez do solo, o que é favorável nos solos sob clima tropical. Contudo, lâminas excessivas de irrigação (> 100 % da ETc) podem ocasionar diminuição na fertilidade do solo, na nutrição e no desenvolvimento das plantas.

**Palavras-chave:** Lâminas de irrigação; Citricultura; Acidez do solo; Especiação iônica, Macronutrientes; Micronutrientes

### CHEMICAL CHANGES IN THE SOIL AND PLANT NUTRITION OF 'VALENCIA' ORANGE IRRIGATED WITH RECLAIMED WASTEWATER

#### **Abstract**

In this study the main objectives were: i) to determine the concentration of macronutrients, micronutrients and toxic elements in the reclaimed wastewater RWW to assess its quality for agricultural use, and; ii) to evaluate the impact of increasing irrigation rates with RWW on concentration of macronutrients, micronutrients and toxic elements in soil and plant. Young trees of [Citrus sinensis (L.) Osbeck on (Citrus paradisi Macf. x Poncirus trifoliata Raf)] were transplanted at 6 x 4 m spacing. The statistical design was complete randomized blocks with three replications. Four irrigation rates were applied by drip irrigation, during 21 months, based on the crop evapotranspiration (ETc) - 100%, 125%, 150% and 200% of the ETc, besides a treatment without irrigation (0%). Periodic sampling of soil, leaves and RWW were carried out and the height and diameter of the plants were evaluated. The RWW had appropriate chemical quality for agricultural use (FAO, 1992), providing about 32 and 14% of the N to the plants in the first and second year, respectively. The major part of the nutrients were found in the RWW as available chemical species to the plants such as: HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (50%), NH<sub>4</sub><sup>+</sup>(98%), K<sup>+</sup> (99%), Ca<sup>2+</sup> (81%), Mg<sup>2+</sup> (88%), SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (93%). Active acidity, potential acidity, and aluminum saturation, K and Pb showed negative correlations with the irrigation rates. Soil concentration of SO<sub>4</sub><sup>2</sup>, B, Cu and Na displayed positive correlation. Comparing the irrigation rate 100% of the ETc and the control (0%) increasing contents of N (7,53%), <sup>15</sup>N (21%), S (41%), B (16%) and Na (100%) were found in leaf tissue. A reduction of P (21%), K (7,5%), Fe (11%), Mn (30%), Al (23%) and Cr (6,4%). Lower concentrations of these elements were associated with over irrigation rates (> 100% of the ETc), except for Fe. Over nine months of irrigation, the increasing rates of RWW had linear positive effects on the plants height and diameter. On the other hand, after fourteen months of over irrigation slightly decreased the height and diameter of the plants. Besides a reduction of P and K concentrations in the leaf tissue, the benefits of irrigation with RWW generally predominated. Based on these results it can be concluded that irrigation with RWW added significant amounts of nutrients to the soil and led to a reduction of soil acidity, that is favorable for the fertility of tropical soils. However, over irrigation (> 100% of ETc) may reduce soil fertility, plant nutrition and plant growth.

**Keywords:** Irrigation rates; Citriculture; Soil acidity; Ionic speciation; Macronutrients; Micronutrients

#### 3.1 Introdução

O Brasil lidera a produção mundial de laranjas frescas e, em 2005 foram produzidas 18,5 milhões de toneladas (IBGE, 2009). O parque citrícola brasileiro é responsável por cerca de 400 mil empregos e gera divisas ao redor de US\$ 1,5 bilhão anual, sendo que o Estado de São Paulo é responsável por aproximadamente 80% da produção de laranja do país (ABECITRUS, 2006; BOTEON; NEVES, 2005).

Na maior parte do território brasileiro, o regime hídrico é insuficiente para suprir as necessidades em água da cultura do citros. O uso da irrigação na citricultura no Estado de São Paulo vem aumentando nos últimos anos devido aos resultados bastante positivos alcançados, tais como: (i) aumento da qualidade dos frutos; (ii) permite a produção fora de época; (iii) permite uma boa florada; (iv) possibilita o adequado pegamento dos frutos e a redução da queda de "chumbinhos", induzindo, também, uma produção de melhor qualidade, além disto, e; (v) pode aumentar a produção de frutos na ordem de 100% (PIRES et al., 2005, ZANINI; PAVANI; SILVA, 1998).

Atualmente, existem potenciais conflitos pelo uso da água na região sudeste do Brasil (TELLES; DOMINGUES, 2006). Com um dos instrumentos previstos pela Lei no 9.433/97, em 2005, aprovou-se a cobrança pelo uso dos recursos hídricos nos rios de domínio da União (CBH-PCJ, 2007). Nesta lei, a seção III, art. 12 prevê também a cobrança no lançamento, em corpos d'água, de esgotos e demais resíduos, tratados ou não, com fim de sua diluição, transporte ou disposição final. Sendo assim, a irrigação com EET torna-se mais atrativa por proporcionar vantagens econômicas tanto para os agricultores, quanto para as empresas de saneamento, geradoras de efluente de esgoto.

Considerando um pomar em produção estável dos 9 aos 18 anos, os fertilizantes e os corretivos representam 34,8% do custo total de insumos da produção de laranjas (FNP, 2006). O EET é rico em nutrientes e, geralmente, é lançado nos corpos d'água. Estudos demonstraram que a concentração de B e Mg nas folhas de citros irrigados com EET foram significativamente maiores. Além disto, a necessidade da fertilização com Ca e B foram eliminadas (MORGAN et al., 2008). Estes autores relataram, ainda, que a aparência das árvores irrigadas com EET foi superior, considerando a altura da copa, cor das folhas, a massa dos frutos e o conteúdo de sólidos solúveis.

Além das vantagens econômicas, a irrigação com EET é muito atrativa por possuir benefícios agrícolas e ambientais como: i) a reciclagem de nutrientes; ii) disponibilidade de água para às culturas durante todo o ano; iii) redução ou eliminação do lançamento de nutrientes nos corpos d'água evitando eutroficação, e; iv) disponibilização lenta de nutrientes, podendo melhorar a fertilidade do solo e a produtividade das culturas.

A irrigação agrícola é um método alternativo para a disposição de EET que pode beneficiar a agricultura. Todavia, os efeitos das lâminas excessivas no sistema soloplanta ainda são pouco conhecidos e controversos. Maurer; Davies e Graetz (1995) testaram três lâminas de irrigação, 1100, 1500 e 1850 mm ano<sup>-1</sup> e observaram que as plantas apresentaram menores diâmetros do caule e altura quando irrigadas com a lâmina de irrigação de maior volume. Por outro lado, Parsons, Wheaton e Castle (2001) notaram que o crescimento da copa e diâmetro do tronco das laranjeiras foram proporcionais ao aumento das lâminas de irrigação com EET. Mesmo com a lâmina excedente de irrigação, de 2500 mm, não houve redução do diâmetro da copa e tronco, bem como a produtividade das variedades 'Hamlin' e 'Orlando'.

Assim, observa-se a necessidade de estudos envolvendo o uso de esgoto tratado para irrigação da cultura de citros, visando a economia de água, de fertilizantes minerais e da preservação dos recursos naturais.

Diante do exposto objetivou-se: (i) caracterizar quimicamente o EET quanto a concentração de macronutrientes, micronutrientes e elementos tóxicos, visando sua utilização na agricultura, e; (ii) avaliar os impactos de lâminas crescentes de irrigação com EET nos teores de macronutrientes, micronutrientes e elementos tóxicos no solo e planta.

#### 3.2 Material e métodos

#### 3.2.1 Campo experimental

O experimento foi conduzido em área localizada na Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" (ESALQ-USP), em Piracicaba (22°43'04,0" S; 47°37'10,6" W, 554 m de altitude), ao lado da estação de tratamento de esgoto operada pelo SEMAE (Serviço

Municipal de Água e Esgoto). O clima da região é caracterizado como Cwa pela classificação climática de Köppen, subtropical úmido com estiagem no inverno. As temperaturas médias mais elevadas ocorrem entre dezembro e março, podendo chegar a 38°C, e as mais baixas ocorrem entre os meses de junho e julho, com temperatura média de 17°C (SALATI, 1996). O índice pluviométrico anual é de 1.253 mm (SENTELHAS et al., 2000).

Antes da aplicação dos tratamentos, em cada parcela experimental, foi realizada a amostragem do Argissolo Vermelho-Amarelo Distrófico, típico (EMBRAPA, 1999), de textura média (EMBRAPA, 1979) com auxílio de trado tipo "holandês" para sua caracterização físico-química (Tabelas 3.1 e 3.2). Em cada parcela, foram coletadas doze sub-amostras das camadas superficiais (0-10 e 10-20 cm) para a composição de uma amostra composta, e seis sub-amostras das camadas sub-superficiais (20-40, 40-60, 60-80, 80-100 cm).

Com base na análise química do solo da camada 0-20 cm, em novembro de 2006, foi realizada a calagem em área total visando elevar a saturação por bases para 70% (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005) (Tabela 3.1).

#### 3.2.2 Transplantio de mudas, adubação e tratos culturais

Em fevereiro de 2007, foi realizada a calagem aplicando-se 500 g m $^{-1}$  de CaCO $_3$  e adubação de plantio com 60 g de P $_2$ O $_5$  m $^{-1}$ , distribuídos ao longo de quatro sulcos de plantio (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Na mesma ocasião, foram transplantadas 300 mudas de laranja 'Valência' [*Citrus sinensis* (L.) Osbeck], enxertadas em citrumelo 'Swingle' (*Citrus paradisi* Macf. x *Poncirus trifoliata* Raf.), com espaçamento 6 x 4 m.

O N e K foram aplicados anualmente conforme a recomendação da adubação de formação para laranjeira 'Valência' enxertada em citrumelo 'Swingle' (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Para o N, 50% da dose recomendada foi fornecida na forma de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, com 50 g planta<sup>-1</sup> no primeiro ano e 110 g planta<sup>-1</sup> de N no segundo ano. A redução na dosagem da adubação nitrogenada (50% da dose recomendada) foi determinada com base em estudos que revelam que EET pode

substituir entre 30 e 80% do N fornecido pela adubação mineral (FONSECA, 2005; MAURER; DAVIES, 1993).

Tabela 3.1 - Característica química do solo, camada 0-20 cm, antes e após a calagem em área total

	Unidade	Antes da calagem	Após a calagem	
$pH^1$	-	4,8	5,7	
$P^2$	mg dm <sup>-3</sup>	11,8	12,6	
$K^2$	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	1,5	1,3	
Ca <sup>2</sup>	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	11,0	14,2	
$Mg^2$	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	5,1	8,6	
Na <sup>3</sup>	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	0,1	0,1	
$Al^4$	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	1,0	0,8	
H+Al <sup>5</sup>	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	19,8	21,6	
S.B <sup>6</sup>	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	17,6	24,1	
$C.T.C^7$	mmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup>	37,6	45,7	
$V^8$	%	46,7	52,7	
$m^9$	%	5,3	3,2	
S <sup>10</sup>	mg kg <sup>-1</sup>	7,1	7,3	
B <sup>11</sup>	mg kg⁻¹	0,3	0,3	
Cu <sup>12</sup>	mg kg <sup>-1</sup>	1,0	0,9	
Fe <sup>12</sup>	mg kg <sup>-1</sup>	41,4	41,6	
Mn <sup>12</sup>	mg kg <sup>-1</sup>	62,1	61,9	
Zn <sup>12</sup>	mg kg <sup>-1</sup>	1,0	2,1	

<sup>(1)</sup> pH em CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> (QUAGGIO; RAIJ, 2001);

Tabela 3.2 - Concentração de areia, silte e argila† nas diferentes camadas do solo amostrado antes da instalação do experimento

•	Areia	Silte	Argila
Camada (cm)		g kg <sup>-1</sup>	
0-10	728,2	112,3	159,5
10-20	732,4	102,9	164,6
20-40	688,7	109,3	202,0
40-60	662,7	63,2	274,1
60-80	659,4	70,2	270,4
80-100	668,5	68,4	263,1

<sup>†</sup>Conforme metodologia descrita por Camargo et al. (1986).

<sup>(2)</sup> P, K, Ca, Mg extraídos pelo método da resina (RAIJ; QUAGGIO, 2001);

 <sup>(3)</sup> Na extraído em solução Mehlich-1 (MEHLICH, 1953);
 (4) Extração de AI em solução KCI 1 mol L<sup>-1</sup> (CANTARELLA, et al., 2001);
 (5) Determinação em solução tampão SMP (Shoemaker-McLean-Pratt) (QUAGGIO; RAIJ, 2001);

<sup>(6)</sup> Soma de bases = Ca + Mg + K + Na;

<sup>(7)</sup> Capacidade de troca de cátions total a pH 7,0 = SB + (H+AI);

<sup>(8)</sup> Porcentagem de saturação por bases = SB / CTC \* 100;

 <sup>(9)</sup> Porcentagem de saturação por alumínio = Al \* 100 / SB + Al
 (10) Extração de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> com Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (0,01 mol L<sup>-1</sup>) (CANTARELLA; PROCHNOW, 2001);

<sup>(11)</sup> Boro extraído em água quente (CIBa<sub>2</sub>) (ABREU; ABREU, 2001);

<sup>(12)</sup> Extração por solução DTPA (LINDSAY; NORVELL, 1978).

O potássio foi fornecido como KCI, conforme a quantidade recomendada, sendo 22 g planta<sup>-1</sup> de K no primeiro ano e 110 g planta<sup>-1</sup> no segundo ano (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005).

Para a aplicação, os adubos (KCI e NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) foram homogeneizados e distribuídos ao redor de cada planta num raio de 50 cm. A adubação foi fracionada em três épocas do ano (set-out, dez-jan, mar-abr) conforme Malavolta et al. (1994), tendo início em agosto de 2007 e final em abril de 2009.

Os tratos culturais consistiram de roçagem nas entrelinhas e aplicação de herbicida nas linhas de plantio, pulverização de inseticidas, controle de formigas cortadeiras e a desbrota de porta-enxerto.

#### 3.2.3 Delineamento experimental

O delineamento experimental foi constituído por três blocos casualizados, com cinco tratamentos, sendo cada uma das quinze parcelas formadas por vinte plantas, num total de 300 plantas. As seis plantas centrais de cada parcela foram consideradas como área útil e as 14 laterais como bordadura experimental. Quatro lâminas de irrigação diferentes com EET foram aplicadas, sendo estas estimadas com base na evapotranspiração da cultura (ETc); (i) 100% da ETc, (ii) 125% da ETc, (iii) 150% da ETc, e (iv) 200% da ETc, além do tratamento sem irrigação 0% (Figura 3.1).

#### 3.2.4 Efluente de esgoto tratado e manejo da irrigação

O EET utilizado no estudo foi proveniente da ETE-SEMAE-Piracicamirim (Figura 3.1) cujo sistema de tratamento é constituído por reatores anaeróbios UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*) seguido de lagoa de aeração, com vazão de 217 L s<sup>-1</sup> de EET. O EET utilizado neste estudo foi oriundo do tratamento UASB.

Nas instalações da ETE-SEMAE foi elaborado e construído um sistema de filtragem e desinfecção do EET para sua utilização no experimento. O sistema foi constituído por três reservatórios de fibra de vidro de 5.000 dm³, três moto-bombas, um filtro de areia e o reator ultra-violeta (Figura 3.2).



Figura 3.1 - Estação de tratamento de esgoto (SEMAE-Piracicamirim) e área experimental no campus Esalq-USP, Piracicaba-SP. Tratamentos: 100, 125, 150 e 200% da lâmina de irrigação fornecida com base na evapotranspiração da cultura, e 0% (sem irrigação)

Após ter sido tratado pelo reator UASB, o EET foi bombeado (bomba de 1 cv, KSB Megabloc) para o primeiro reservatório. Em seguida, sob pressão de outra bomba hidráulica (bomba de 5 cv, KSB, Megabloc) o EET foi filtrado em filtro de areia (Hidrosolo<sup>TM</sup>, modelo FA7 super) e armazenado no segundo reservatório. Depois de filtrado, o EET foi desinfectado ao passar pelo reator ultra violeta (UV) e escoado, por gravidade, para o terceiro reservatório. Quando a irrigação foi necessária, a terceira bomba (3 cv, KSB, Megabloc) foi acionada por um sistema temporizador (Rain Bird<sup>®</sup>, ESP modular Controller), bombeando o EET do terceiro reservatório até as linhas de gotejamento na área experimental (Figura 3.2).

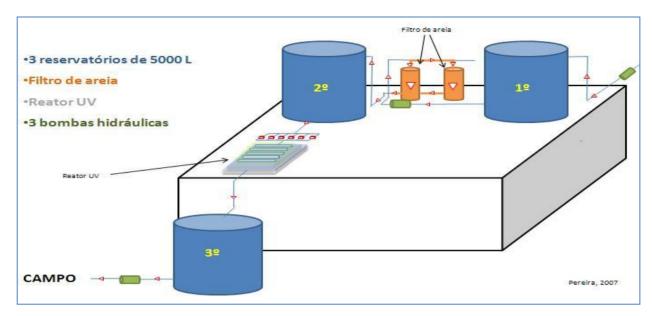


Figura 3.2 - Sistema de filtragem e desinfecção do EET utilizado para irrigação após tratamento primário UASB da ETE-Piracicamirim

O manejo da irrigação foi feito pelo balanço hídrico entre a precipitação pluviométrica e a evaporação de referência obtida pelo tanque classe "A", que foi corrigida pelo coeficiente da cultura (Kc) de acordo com a idade das plantas (DOORENBOS; PRUITT, 1977). Os dados climatológicos foram semanalmente obtidos na estação do campus Esalq-USP.

O sistema de irrigação utilizado foi o de gotejamento auto compensante (Netafim™, modelo RAM), com vazão de 2,3 L h⁻¹ por emissor, com dez emissores por planta, totalizando 23 L h⁻¹ planta⁻¹. Uma linha de gotejador foi instalada em cada lado da planta, com aproximadamente 10 cm de distância do colo da planta. A irrigação foi iniciada em outubro de 2007 e finalizada em julho de 2009. Foram determinados o volume de EET utilizado para cada parcela, os padrões de qualidade do EET conforme dados internacionais e FAO (1992), bem como a adição anual de macronutriente, micronutrientes e elementos tóxicos no solo.

## 3.2.5 Amostragem e análise do solo e do efluente de esgoto tratado

A amostragem do solo foi realizada com trado tipo "holandês" em quatro épocas: setembro de 2007 (E1), março de 2008 (E2), setembro de 2008 (E3) e março de 2009

(E4). Nas seis plantas da área útil experimental de cada parcela, as amostras de solo foram coletadas nas camadas: 0-10, 10-20, 20-40, 40-60, 60-80, 80-100 cm, à 30 cm de distância do colo das plantas, no bulbo de molhamento. Em cada parcela experimental, foram coletadas doze sub-amostras das camadas 0-10 e 10-20 cm para a para composição de uma amostra composta, e seis sub-amostras das camadas 20-40, 40-60, 60-80, 80-100 cm para composição de uma amostra composta.

O solo foi seco ao ar e peneirado em malha 2 mm. O pH foi determinado em CaCl<sub>2</sub> (0,01 mol L<sup>-1</sup>) na razão solo:solução de 1:2,5. A acidez total foi quantificada em solução tampão SMP (pH 7.0) (QUAGGIO; RAIJ, 2001). O Al3+ do solo foi extraído com KCI (1 mol L<sup>-1</sup>) (1:10) e determinado por titulação com NaOH (CANTARELLA et al., 2001). O sódio e o K foram extraídos em solução Mehlich-1 (MEHLICH, 1953), na razão solo:solução de 1:10, e quantificados por fotometria de chama. O Mg, Ca e o P foram extraídos pelo método da resina trocadora de íons em meio aguoso (1:10) sendo o Ca e o Mg determinados por espectrometria de absorção atômica com atomização em chama (EAA-chama) e o P por espectrofotometria (λ = 720 nm) usando a solução de molibidato de amônio (RAIJ; QUAGGIO, 2001). O S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> foi extraído com solução de Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>,H<sub>2</sub>O (0,01 mol L<sup>-1</sup>) (1:12,5) e a quantificação do precipitado de BaSO<sub>4</sub> foi feita por espectrofotometria (λ=420 nm) (CANTARELLA; PROCHNOW, 2001). O B foi extraído com a solução de BaCl<sub>2</sub> 1,25 g L<sup>-1</sup> (1:2) aquecida em forno de micro-ondas caseiro e a determinação feita por espectrofometria (λ = 420 nm) usando a solução de azometina-H (ABREU; ABREU; ANDRADE, 2001). Os micronutrientes Cu, Fe, Mn, Zn, Cd, Cr, Ni, além do Pb, foram extraídos pela solução DTPA (1:2) pH 7.3 (LINDSAY: NORVELL, 1978) e quantificados por espectrometria de emissão por plasma (ICP-OES). Para a determinação de C e N totais, δ<sup>15</sup>N e δ<sup>13</sup>C, o solo foi peneirado em malha 0,2 mm, sendo que 50 mg foram acondicionados em cápsulas de estanho. A determinação foi realizada em analisador elementar (Carlo Erba, modelo EA 1110). A abundância natural de <sup>15</sup>N e <sup>13</sup>C foram expressas com desvios por mil (%) de um padrão internacionalmente reconhecido, pela equação:  $\delta = (R_{amostra} - R_{padrão}) / R_{padrão} x 1000$ , onde R é a razão isotópica. O padrão utilizado para o N utilizado foi o N<sub>2</sub> atmosférico, e para o carbono foi o Peedee Belemnite (PDB; rocha calcária da região do Grand Canyon, EUA).

Para o monitoramento das variáveis químicas do EET, este foi amostrado mensalmente, no terceiro reservatório (ago/07 até jun/09) (Figura 3.2). O pH e a condutividade elétrica (CE) foram determinados na amostra bruta do EET com um pH metro e condutivímetro. Também, na amostra bruta de EET, a alcalinidade foi determinada por titulometria com  $H_2SO_4$  (0,02 mol  $L^{-1}$ ) (ABNT, 1996).

As amostras de EET foram preparadas e preservadas conforme Eaton; Clesceri; Greenberg (1995), sendo separadas em três alíquotas para a determinação de outras análises químicas:

- (i) para análise de carbono orgânico dissolvido (COD) uma alíquota do EET foi filtrada em fibra de vidro GF/F (0,45 μm de diâmetro de poro), e preservado com HgCl<sub>2</sub> e mantida em refrigerador à 5°C. A quantificação do COD foi realizada por combustão catalítica oxidativa (Shimadzu TOC-500-A);
- (ii) para a análise de macronutrientes, micronutrientes, metais pesados, outra alíquota do EET foi filtrada em filtro éster-celulose (0,22 μm de diâmetro de poro) e congelada. As leituras de P, K, Ca, Mg, S, Na, B, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn, Al, Cd, Cr e Pb foram feitas em ICP-OES (Jobin Yvon JY ULTIMA 2000), e;
- (iii) uma terceira alíquota foi reservada para análise de carbono inorgânico dissolvido (CID), Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> e NH<sub>4</sub><sup>+</sup> foi filtrada em éster-celulose e conservada com timol (2-isopropil-5-metil-fenol) sendo mantida em refrigerador à 5°C. A determinação do CID foi realizada por combustão catalítica oxidativa (Shimadzu TOC-500-A). Os íons Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> e NH<sub>4</sub><sup>+</sup> foram determinados fotometricamente por análise por injeção em fluxo (FIASTAR 5000).

Após as determinações químicas de cátions e ânions, foi realizada a especiação iônica do EET usando o *software visual Minteq* ver 2.61 (GUSTAFSOON, 2009).

### 3.2.6 Amostragem e análise de planta

Para a avaliação do estado nutricional da planta os ramos com brotações e sem frutos foram identificados com fitas coloridas na primavera (out-nov) de 2007 e 2008. Seguindo a marcação dos ramos, aproximadamente seis meses depois, foram coletadas, em mai/08 e mai/09, quatro folhas em cada uma das seis plantas da área útil.

As folhas foram coletadas no terço médio das parcelas, no sentido dos pontos cardeais, sendo escolhida a terceira folha a partir da ponta do ramo. Em seguida, as folhas foram lavadas em água corrente, água com detergente sem P e enxaguadas três vezes em água destilada para remoção do detergente. Por fim, as folhas foram secas em estufa à 60°C durante 48 horas e trituradas em moinho tipo *willey*.

A digestão das folhas realizada foi via úmida do tipo nítrico-perclórica (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997), sendo posteriormente determinados os teores de P, K, S, Al, Ca, Mg, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn, Cd, Cr e Pb em ICP-OES. Para a determinação de B, empregou-se a digestão via seca por incineração (MALAVOLTA; VITTI; OLIVEIRA, 1997) com determinação feita também em ICP-OES.

Uma fração de 1 g das amostra de folhas foi peneirada em malha 0,2 mm e 1,5 mg foi acondicionado em cápsula de estanho para determinação de C e N totais,  $\delta^{15}$ N e  $\delta^{13}$ C, em analisador elementar (Carlo Erba, modelo EA 1110).

Para monitorar o crescimento das plantas, em dez/07, mar/08, jun/08, dez/08 e mar/09, a altura de cada planta da área útil foi medida com régua, desde a superfície do solo até o topo da copa. Na mesma ocasião, com um paquímetro digital, o diâmetro do caule foi medido três centímetros acima do ponto de enxertia.

### 3.2.7 Análise estatística

Para o EET foram calculadas as médias não transformadas e o erro padrão das variáveis analisadas.

Para avaliação das variáveis analisadas no solo, em cada época, foram obtidos modelos de superfície de resposta (  $Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{11} X_1^2 + b_{22} X_2^2 + b_{12} X_1 X_2$ ), (PIMENTEL-GOMES; GARCIA, 2001) relacionando três variáveis. As duas variáveis preditoras, lâminas de irrigação e profundidade do solo, foram correlacionadas com cada variável resposta (pH<sub>cacl2</sub>, H+Al, C,  $\delta^{13}$ C, N,  $\delta^{15}$ N, P, K, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Ni, Zn, Al, Na, Cd, Cr e Pb). Quando necessário foram identificados os pontos críticos de máxima ou mínima ( $\partial \hat{\mathbf{f}}/\partial X = 0$ ), em determinada profundidade, com base no polinômio obtido. A discussão foi realizada sobre o efeito da variável principal; lâmina de irrigação. O efeito significativo da profundidade foi discutido apenas para as variáveis

que sofreram influência significativa da variável principal. As variáveis dependentes que sofreram apenas o efeito significativo da profundidade não foram discutidas.

As variáveis respostas analisadas no tecido foliar foram as concentrações de C,  $\delta^{13}$ C N,  $\delta^{15}$ N, P, K, S, Al, Ca, Mg, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn, Cd, Cr e Pb, bem como altura e diâmetro das plantas. Também para cada época estas variáveis foram submetidas aos testes de correlação, linear e quadrático, com as lâminas de irrigação aplicadas. O modelo escolhido foi baseado na significância do parâmetro (P < 0.05) e coeficiente de determinação.

Antes de todos os testes de correlação realizados, verificou-se a normalidade das variáveis obtidas para o solo e planta utilizando-se o método gráfico (histograma) e o método numérico (Kolmogorov-Sminorv) (PARK, 2008).

Todas as análises estatísticas foram realizadas com o auxílio do programa SAS versão 9.1.2 (SAS, 2004).

### 3.3 Resultados e discussão

# 3.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e valor nutricional

A precipitação pluviométrica e as lâminas de irrigação com EET aplicadas no solo são apresentadas na figura 3.3. Durante os 21 meses do estudo, observou-se grande variação do volume de EET irrigado. Neste período, as lâminas totais de irrigação com ETE foram de 658, 823, 987 e 1316 mm para os tratamentos 100%, 125%, 150% e 200% da ETc, respectivamente.

Para o ano de 2008 o volume total irrigado para o tratamento nominal, 100% da ETc, foi de 350 mm, valor similar a 442 mm determinado para laranjeiras jovens no Estado de São Paulo (PIRES et al., 2005). Considerando o dimensionamento do sistema de irrigação, com dez gotejadores por planta (Q = 2,3 L h<sup>-1</sup> gotejador<sup>-1</sup>) os 350 mm equivalem a 70 horas de irrigação. Assim, cada planta recebeu um total de 1.610 L ano<sup>-1</sup> ou 4,4 L planta<sup>-1</sup> dia<sup>-1</sup>. Este valor também é similar a média de consumo 3,8 L planta dia<sup>-1</sup> utilizado em plantas jovens (BOMAN et al., 2002). A vazão dos gotejadores do sistema de irrigação foi monitorada por teste de uniformidade de distribuição (UD)

obtendo índice médio de 84% considerado bom (CLEMMENS; SOLOMON, 1997; BRALTS; KESNER, 1983).

Considerando os resultados obtidos a partir das amostras de EET coletadas desde ago/07 até mai/09, observou-se que a concentração de todas as variáveis analisadas apresentaram-se adequadas se comparadas aos padrões internacionais encontrados na literatura (BOWER; CHANEY, 1974; JAMES et al., 1982, FEIGIN; RAVINA SHALHEVET, 1991; FATTA et al., 2004; USEPA, 2004) (Tabela 3.3). Conforme os critérios estabelecidos pela FAO (1992) para o uso agrícola de EET, o efluente utilizado neste estudo foi classificado sem nenhum risco de salinidade, fracomoderado risco para infiltração, sem risco de toxicidade para Na, Cl, B e NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. O valor do pH se encontrou dentro da faixa considerada normal (Tabela 3.4).

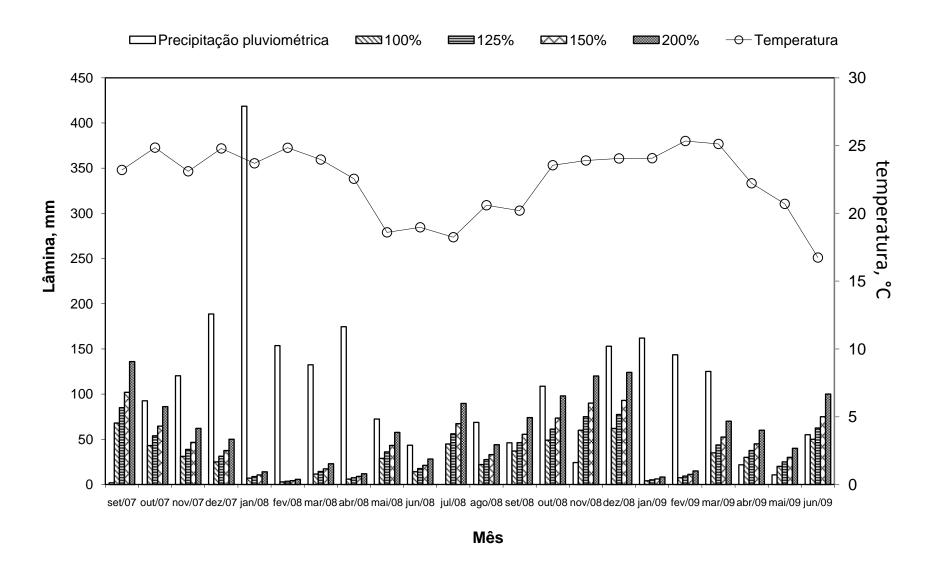


Figura 3.3 - Temperatura média mensal, lâmina mensal de precipitação e de irrigação com efluente de esgoto, sendo que 100%, 125%, 150% e 200% significam respectivamente 100%, 125%, 150% e 200% da lâminas de irrigação estimadas com base na evapotranspiração da cultura (ETc)

Os íons em solução podem formar inúmeras espécies iônicas devido a reações de hidrólise, complexação e oxiredução (SPARKS, 1995). Estas reações podem ocorrer também no EET, por isto, é importante conhecer não apenas a concentração total, como também as espécies iônicas presentes. A determinação destas espécies iônicas permite uma melhor compreensão das interações das espécies iônicas no solo, bem como a disponibilidade destas as plantas.

Para os macronutrientes analisados, mais de 80% do teor total estavam na forma iônica livre, preferencial para absorção das plantas (Tabela 3.3). Quanto aos micronutrientes, 99% do total de B no EET foi encontrado como H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, e 99% do Cl foi como Cl<sup>-</sup>. Contudo, o Cu e o Zn tiveram 65% e 20%, respectivamente, de suas formas iônicas ligadas a matéria orgânica dissolvida, o que talvez possa reduzir a disponibilidade destes elementos às plantas. Quanto aos metais pesados, o Cd e o Pb apresentaram, respectivamente, 12 e 82% de suas formas ligadas à matéria orgânica dissolvida no solo (Cd-DOM e Pb-DOM), o que pode limitar sua disponibilidade às plantas.

A especiação iônica do EET realizada neste estudo parece ser inédita. Poucas informações sobre este assunto foram encontradas em literatura. Feigin; Ravina e Shalhevet (1991) afirmam que 80% do N do EET está na forma de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e a maior parte do P é encontrada como ortofosfato (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>). No biossólido de esgoto Cai et al., (2007) verificaram que 70% do Cu estava ligado à matéria orgânica. Estes valores são muito próximos aos encontrados neste estudo.

Tabela 3.3 - Resultado das análises do efluente de esgoto tratado utilizado na irrigação e limites encontrados em referências internacionais. (±EP = erro padrão). Especiação iônica do EET realizada com o visual Minteg ver 2.61

Variáveis	Unidades	Média±EP	Limites	Espécies iônicas predominantes <sup>(11)</sup>
pH	-	7,17±0,03	8,1 <sup>(5)</sup>	-
CE <sup>(1)</sup>	μS cm <sup>-1</sup>	599,90±15,19	2000 (6)	-
CID <sup>(2)</sup>	mg L <sup>-1</sup>	132,70±10,63	-	-
COD <sup>(3)</sup>	mg L <sup>-1</sup>	11,43±1,74	200 (7)	<sup>12</sup> DOM (69%), Ca-DOM (27%)
RAS <sup>(4)</sup>	$(\text{mmol}_{c}/\text{L})^{1/2}$	2,06±0,20	7,9 (8)	-
Na:Ca	-	3,10±0,48	3 <sup>(12)</sup>	-
Alcalinidade CaCO <sub>3</sub>	mg L <sup>-1</sup>	93,87±3,76	150 <sup>(8)</sup>	HCO <sub>3</sub> - (87%); H <sub>2</sub> CO <sub>3(aq)</sub> (12%)
NO <sub>3</sub> -N	mg L <sup>-1</sup>	0,12±0,04	50 <sup>(10)</sup>	NO <sub>3</sub> - (99%); CaNO <sub>3</sub> + (0,06%)
$NO_2^N$	mg L <sup>-1</sup>	0,01±0,003	10 <sup>(8)</sup>	NO <sub>2</sub> - (99%)
$NH_4^+$ -N	mg L <sup>-1</sup>	19,75±1,20	40 <sup>(8)</sup>	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (98%); NH <sub>4</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup> (0,87%)
PO <sub>4</sub> P	mg L <sup>-1</sup>	4,44±0,59	30 <sup>(10)</sup>	HPO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> (49%); H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (42%)
CI	mg L <sup>-1</sup>	43,76±5,12	360 <sup>(8)</sup>	Cl <sup>-</sup> (99%); NaCl (0,06%)
Ca	mg L <sup>-1</sup>	14,12±1,76	120 <sup>(8)</sup>	Ca <sup>2+</sup> (81%); CaSO <sub>4(aq)</sub> (11%)
Mg	mg L <sup>-1</sup>	6,00±0,45	50 <sup>(8)</sup>	Mg <sup>2+</sup> (88%); MgSO <sub>4(aq)</sub> (10%)
Na	mg L <sup>-1</sup>	34,70±2,82	200 <sup>(5)</sup>	Na <sup>+</sup> (99%); NaSO <sub>4</sub> <sup>-</sup> (0,4%)
K	mg L <sup>-1</sup>	10,06±0,96	40 <sup>(8)</sup>	K <sup>+</sup> (99%); KSO <sub>4</sub> <sup>-</sup> (0,5%)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> -S	mg L <sup>-1</sup>	38,35±6,26	500 <sup>(5)</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (93%); CaSO <sub>4(aq)</sub> (3%)
Al	mg L <sup>-1</sup>	0,081±0,024	<b>5</b> <sup>(5, 8, 9)</sup>	AI(OH) <sub>4</sub> -(87%); AI(OH) <sub>3(aq)</sub> (11%)
В	mg L <sup>-1</sup>	0,258±0,073	0,75 <sup>(10)</sup>	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> (99%)
Cd	mg L <sup>-1</sup>	0,003±0,001	0,01 <sup>(9, 10)</sup>	Cd <sup>2+</sup> (66%); Cd-DOM (12%)
Cr	mg L <sup>-1</sup>	0,020±0,005	0,1 <sup>(9)</sup>	CrOH <sup>+</sup> (99%)
Cu	mg L <sup>-1</sup>	0,047±0,015	0,2 <sup>(5, 9)</sup>	Cu-DOM (65%); Cu <sup>2+</sup> (9%)
Fe	mg L <sup>-1</sup>	0,391±0,118	5 <sup>(5, 9, 10)</sup>	$Fe(OH)^{2+}(99\%); Fe(OH)_{3(aq)}(0,7\%)$
Mn	mg L <sup>-1</sup>	0,050±0,125	0,1 <sup>(5, 9, 10)</sup>	Mn <sup>2+</sup> (86%); MnSO <sub>4(aq)</sub> (9%)
Ni	mg L <sup>-1</sup>	<0,001±<0,001	0,2 <sup>(5, 9, 10)</sup>	-
Pb	mg L <sup>-1</sup>	0,048±0,0130	<b>5</b> <sup>(9)</sup>	Pb-DOM(82%); Pb <sup>2+</sup> (5%)
Zn	mg L <sup>-1</sup>	0,099±0,0360	2 <sup>(5, 9, 10)</sup>	Zn <sup>2+</sup> (66%); Zn-DOM (20%)

Zn mg L<sup>-1</sup> 0,099±0,0360 2<sup>(5)</sup>

(1) Condutividade elétrica;
(2) Carbono inorgânico dissolvido;
(3) Carbono orgânico dissolvido;
(4) Razão da adsorção de sódio: RAS = [Na<sup>2+</sup>]/([Ca<sup>2+</sup>]+[Mg<sup>2+</sup>])<sup>1/2</sup>;
(5) Fatta et al. (2004);
(6) James et al. (1982);
(7) Bower e Chaney (1974);
(8) Feigin; Ravina; Shalhevet (1991);
(9) FAO (1992):

<sup>(9)</sup> FAO (1992); (10) USEPA (2004);

<sup>(11)</sup> Diferença de cargas de 3,53% estimada pelo *visual Minteq* ver 2.61; (12) Matéria orgânica dissolvida.

Tabela 3.4 - Grau de restrição do efluente de esgoto tratado – ETE – Piracicamirim (FAO, 1992)

Potencial problema para	Unidade -		estrição ao uso pela FAO	- EET - Piracicamirim	
irrigação	Officace -	Nenhum	Fraco a moderado	Severo	- EET - FITACICATIIIIIII
Salinidade					
CE <sup>1</sup>	dS/m	< 0,7	0.7 - 3.0	> 3,0	0,6 dS m <sup>-1</sup>
Infiltração					
$RAS^2 = 0 - 3 e CE$		> 0,7	0.7 - 0.2	< 0,2	2,0 (mmol <sub>o</sub> /L) $^{1/2}$ e 0,6 dS m <sup>-1</sup>
3 -6		> 1,2	1,2-0,3	< 0,3	
6-12		> 1,9	1,9 - 0,5	< 0,5	
12-20		> 2,9	2,9 - 1,3	< 1,3	
20-40		> 5,0	5,0-2,9	< 2,9	
Toxicidade de íon específic	0				
Sódio (Na)					
Irrigação de superfície	RAS	< 3,0	3,0 - 9,0	> 9,0	2,06 dS m <sup>-1</sup>
Irrigação por aspersão	mmol L <sup>-1</sup>	< 3,0	> 3,0		
Cloro (CI)					
Irrigação de superfície	mmol L <sup>-1</sup>	< 4,0	4,0 - 10,0	> 10,0	1,23 mmol L <sup>-1</sup>
Irrigação por aspersão		< 3,0	> 3,0		
Boro (B)	mg L <sup>-1</sup>	< 0,7	0.7 - 3.0	> 3,0	0,25
Efeitos diversos					
Nitrogênio (NO <sub>3</sub> -N)	mg L <sup>-1</sup>	< 5,0	5,0 - 30,0	> 30,0	0,12 mg L <sup>-1</sup>
рН		Faixa nor	mal 6,5-8,0		7,17

<sup>1-</sup> CE = condutividade elétrica; 2 - RAS = razão de adsorção por sódio.

A partir do volume de 1.610 L ano<sup>-1</sup> aplicado no tratamento 100% da ETc foi calculada a adição de nutrientes e metais pesados no solo em g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> para cada lâmina de irrigação aplicada, e o valor extrapolado para as demais lâminas de irrigação (Tabela 3.5).

Para densidade de plantas utilizada no experimento, 416 plantas ha<sup>-1</sup>, estimouse também a adição de nutrientes e metais pesados, em g ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>, para um pomar de plantas adultas (Tabela 3.5). Para isto, considerou-se o consumo médio de 50 L dia<sup>-1</sup> planta<sup>-1</sup> (COELHO et al., 2004) irrigados 200 vezes em um ano.

Conforme relatado, as concentrações de metais pesados no EET estão dentro dos limites permissíveis encontrados em literatura. Entretanto, o acúmulo de metais pesados no solo pode depender não somente da concentração do metal pesado no EET mas também da lâmina de irrigação aplicada.

Atualmente, no Brasil, não existem critérios estipulando as quantidades máximas anuais seguras de metais pesados que possam ser adicionadas ao solo, via irrigação com EET. Contudo, considerando-se os limites utilizados para aplicação de biossólido de esgoto, o aporte anual de Cd, Cr, Cu, Pb e Zn foi muito inferior ao máximo permitido no Brasil CONAMA 357/2006 (CONAMA, 2006) e EUA (USEPA, 1995) (Tabela 3.4).

A adição de metais no solo foi inferior aos limites máximos permitidos para as lâminas de irrigação estudadas e para o estimado em plantas adultas. Estes dados confirmam a boa qualidade do EET utilizado no estudo. Resultados similares serão discutidos no capítulo 5. A baixa concentração de metais pesados no EET e conseguinte baixa adição desses elementos ao solo era esperada, pois, sabe-se que a maior quantidade de metais pesados contida no esgoto urbano é retida no biossólido que possui concentração de matéria orgânica muito mais elevada do que o EET, o que favorece a formação de complexos com os metais. Além disso, a concentração de metais pesados no esgoto doméstico é insignificante e a estação de tratamento de esgoto SEMAE-Piracicamirim coleta quase que exclusivamente o esgoto doméstico.

Para uma planta jovem com um e dois anos de idade, as doses recomendadas de N são de 100 e 220 g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>, respectivamente (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). A irrigação com EET adicionou o equivalente a 32 g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de N considerando-se a lâmina de irrigação de 100% da ETc (Tabela 3.5). Assim, esta quantidade de N fornecida pelo EET é equivalente a 32% e 14% das quantidades de N recomendadas, para o primeiro e segundo ano, respectivamente.

A recomendação de N, P e K para laranjeiras adultas é, geralmente, feita com base na análise de solo, folhas e classe de produção esperada. Considerando-se um talhão com o teor de N nas folhas menor que 23 g kg<sup>-1</sup>, P-resina no solo menor que 5 mg dm<sup>-3</sup> e K-trocável menor que 0,7 mmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> e a classe de produção esperada maior que 40 t ha<sup>-1</sup>, a recomendação de adubação para N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e K<sub>2</sub>O é de 180, 160 e 220 kg ha ano<sup>-1</sup> (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Como exibido na tabela 3.5 o total de NO<sub>3</sub>-N, NH<sub>4</sub>+-N, PO<sub>4</sub><sup>2-</sup> e K adicionado ao solo via irrigação com EET para um pomar adulto foi de: 0,75, 123, 27 e 62 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>. Estas concentrações equivalem a 124, 20 e 74 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e K<sub>2</sub>O, respectivamente. Com base nestes valores e nas condições estipuladas teoricamente, a irrigação com EET em um

pomar adulto pode fornecer o equivalente a 68, 12 e 33% do N,  $P_2O_5$  e  $K_2O$  necessários anualmente.

Além do N, P e K adicionados ao solo via irrigação com EET, houve a adição de outros macronutrientes como Ca (88 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>), Mg (37 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>) e  $SO_4^{2-}$  (239 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>) (Tabela 3.5).

Tabela 3.5 - Adição de nutrientes e elementos tóxicos fornecidos através da irrigação com EET. Calculado para plantas jovens irrigadas com diferentes lâminas de irrigação (0, 100, 125, 150 e 200% da ETc) e para plantas adultas. Valores máximos permitidos para acúmulo de metais pesados no solo utilizados para regulamentar a aplicação de lodo esgoto na agricultura

Planta adulta<sup>(3)</sup> Concentração no Pomar Carga acumulada Lâminas de irrigação (% da ETc) Lâminas de irrigação (% da ETc) FFT<sup>(1)</sup> c/ p. adultas teórica permitida<sup>(5)</sup>. Variáveis 100%<sup>(2)</sup> 100%<sup>(4)</sup> (APLR)<sup>(6)</sup> 125% 150% 200% 125% 150% 200% -mg L<sup>-1</sup>--g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>g ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> g ha ano<sup>-1</sup> DOC 11,4 18,4 23,0 27,6 36,8 171,5 7.656,7 9.570,9 11.485,0 15.313,4 71.335,7 Alcalinidade 94.302,2 93,9 151,1 188,9 226,7 302,3 1408,0 62.868,1 78.585,2 125.736,3 585.728,0 CaCO<sub>3</sub>  $NO_3-N$ 0.1 0.2 0.2 0.3 0.4 1.8 81.3 101.6 121.9 162.5 757.1 NH₄-N 19.8 31.8 39.7 47.7 63.6 296.3 13.228.3 16.535.4 19842.5 26.456.6 123.245.2 PO<sub>4</sub>-P 4,4 8.9 2.973.3 3.716.7 4.460.0 5.946.6 27.701.8 7,1 10.7 14,3 66.6 Κ 10,1 16,2 20.2 6.735,5 8.419,3 10.103.2 13.470.9 62.752.7 24,3 32,4 150.8 14,1 Ca 22.7 28.4 34.1 45.5 211.8 9.457.0 11.821.3 14.185.5 18.914.0 88.108.8 6,0 9.7 5.023,9 6.028,7 8.038,2 37.445,1 Ma 12,1 14,5 19,3 90.0 4.019,1 SO<sub>4</sub><sup>2</sup>-S 38,4 61.7 77.2 92,6 123,5 575,3 25.688.0 32110,0 38.532,0 51.376,0 239.329,1 В 0,258 0.415 0.519 0.622 0.830 3.865 172.59 215.74 258.89 345.19 1.608,02 CI 36.633,5 43.960,2 43,8 70,4 88,1 105,7 140,9 656,4 29.306,8 58.613,6 273.044,6 (e)75.000, (f)137.000 Cu 0,047 0.075 0.094 0.113 0.150 0.700 31,27 39.09 46,91 62,55 291.37 0,391 Fe 0.629 0.786 0.944 1,258 5.861 261,69 327.12 392.54 523.39 2.438.14 0,050 Mn 0,081 41,86 50,23 66,98 312,00 0,101 0,121 0,161 0,750 33,49 (e)140.000, (f)445.000 Zn 0,099 0.239 1.482 66.19 82.74 99.28 132.38 616.66 0.159 0.199 0.318 34,70 Na 55,90 69,80 83,80 111.70 520,50 23.241.60 29.052,00 34.862,40 46.483,20 216.536,50 0,081 ΑI 0.130 0.162 0.195 0.260 1.210 54.040 67.550 81.060 108.080 503.460 (e) 1900. (f) 4.000 Cd 0,003 2,774 0,005 0,007 0,008 2,219 3,328 4,438 20,672 0,011 0.050 <sup>(f)</sup>154.000 0,020 Cr 0,032 0.040 0.048 0.064 0.297 13,28 16,600 19,920 26.560 123,740 <sup>(e)</sup>15.000. <sup>(f)</sup>41.000 Pb 0,048 0.077 0.096 0.115 0.154 0.716 31.97 39.970 47.960 63.950 297.880

(1)Concentração média dos elementos contidos no EET, retirado da Tabela 3.3; (2)Quantidade de cada elemento foi calculada com base no volume de EET irrigado em 2008 (1.610 L<sup>-1</sup> planta<sup>-1</sup> ano <sup>-1</sup>); (3)O volume de irrigação considerado para planta adulta foi de 50 L dia <sup>-1</sup> (COELHO et al., 2004) e 200 dias ano <sup>-1</sup>; (4)A densidade de plantas ha <sup>-1</sup> foi calculada com base no espaçamento entre plantas utilizado no estudo (6 x 4 m), ou seja, 416 plantas ha <sup>-1</sup>; (5)CONAMA (2006); (6) APLR = annual pollutant load rate limits (USEPA, 1995).

Sabendo que o conteúdo total de Ca, Mg e S em 100 caixas de laranja 'Valência' é de 1,95, 0,54 e 0,45 kg, respectivamente (OBREZA; MORGAN, 2008) e considerando uma produção de laranja aproximada de 485 caixas ha<sup>-1</sup> (CASER; AMARO, 2004) são exportados em cada colheita aproximadamente 9,4, 2,6 e 2,2 kg ha<sup>-1</sup> destes nutrientes. Para planta adulta o EET pode fornecer 88, 37 e 239 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Ca, Mg e SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (Tabela 3.5) o que equivale a 9, 14 e 108 vezes os valores de Ca, Mg e S exportados pela colheita.

Quanto aos micronutrientes, a irrigação com EET pode adicionar: B (1,6 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>), Cu (0,3 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>), Fe (2,4 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>), Mn (2,5 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>), Zn (0,6 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>) (Tabela 3.5). Estes valores são muito superiores àqueles estimados para o total de micronutrientes exportados em uma colheita de 485 caixas ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de 'Valência' (CASER; AMARO, 2004) que são: B (0,05 kg), Cu (0,01 kg), Fe (0,15 kg), Mn (0,04 kg) e Zn (0,68 kg) conforme Obreza e Morgan (2008).

A dose de B recomendada para citros em produção com sintomas de deficiência é de 2 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>, aplicados no solo em duas parcelas anuais (ABREU; LOPES; SANTOS, 2007). Considerando-se as características do EET utilizado e o volume de irrigação utilizado para plantas adultas, a adição de B no solo foi estimada em 1,6 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> o que equivale a 80% da dose recomendada para correção de deficiência.

Para plantas adultas cultivadas em solo com teor de Zn de 1 mg kg<sup>-1</sup>, recomenda-se 15 g caixa<sup>-1</sup> (MALAVOLTA; VIOLANTE-NETO, 1989). Baseando-se na produtividade de 485 caixas ha<sup>-1</sup> seriam necessários 7.275 g ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Zn. Conforme estimado na tabela 3.5, o EET pode adicionar 616 g ha ano<sup>-1</sup>, o que equivale a 8% da dose anual recomendada. Embora possua baixa concentração de Zn, ainda assim, o EET pode contribuir ao longo do tempo para redução da deficiência deste elemento na planta.

Conforme Koo (1984) a dose de Cu recomendada para cultura do citros é de 1:40 em relação a dose de nitrogênio. A razão entre estes dois elementos encontrada no EET foi de aproximadamente 1:400 (Tabela 3.3).

A abundância de HCO<sub>3</sub> no EET foi destacada em trabalhos anteriores (GLOAGUEN et al., 2007; JALALI et al., 2008). Neste estudo observa-se que a alcalinidade do EET, expressa em CaCO<sub>3</sub>, adicionou, com base na lâmina nominal de

100% da ETc para plantas jovens, o equivalente a 151 g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de CaCO<sub>3</sub>. Este fato é positivo em solos sob clima tropical por possibilitar a neutralização da acidez.

Diante dos resultados, tem-se que a irrigação com EET não apresenta riscos de acúmulo de metais pesados conforme as condições observadas. Similar a fertirrigação, a irrigação com o EET fornece os nutrientes em pequenas doses, sendo menos suscetíveis a lixiviação (BOMAN; OBREZA, 2002) minimizando as perdas por escorrimento superficial. Além disto, a irrigação com EET pode adicionar quantidades significativas de nutrientes no solo além de íons alcalinos contribuindo com a neutralização de acidez do solo.

### 3.3.2 Fertilidade do solo

Influências significativas das lâminas de irrigação (L ou L²) foram observadas para pH<sub>CaCl2</sub>, acidez potencial, saturação por Al e os teores de S, K, B, Cu, Na e Pb do solo em pelo menos uma das quatro épocas avaliadas (Tabela 3.6). Na maior parte dos polinômios obtidos foi observado efeito significativo, linear (P) e quadrático (P²), da profundidade sobre as variáveis dependentes analisadas no solo. Entretanto, neste trabalho o efeito da profundidade foi discutido apenas para aquelas variáveis que sofreram influência significativa das lâminas de irrigação. As variáveis que sofreram apenas o efeito da profundidade não foram discutidas.

Tabela 3.6 – Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

		setembro de	2007	, março de 2008, se	temb	ro de 2008 e março	de 20	009	
Var.		Set/07		Mar/08		Set/08		Mar/09	1
рН	$R^2$	0,541	***	0,384	***	0,493	***	0,376	***
	1	5,63E+00	***	5,86E+00	***	5,87E+00	***	5,36E+00	***
	L	1,67E-03	ns	2,17E-03	ns	3,80E-03	*	3,92E-04	ns
	Р	-3,26E-02	***	-3,03E-02	***	-1,11E-02	*	-1,42E-02	***
	$L^2$	-5,98E-06	ns	-9,37E-06	ns	-5,63E-06	ns	7,80E-06	ns
	P*L	-2,03E-05	ns	-2,14E-05	ns	-2,13E-05	ns	-2,07E-05	ns
	$P^2$	3,56E-04	***	2,51E-04	***	6,20E-05	ns	1,09E-04	**
HAI	$R^2$	0,502	***	0,220	***	0,193	*	0,252	***
	I	7,25E+00	***	1,06E+01	***	1,17E+01	***	1,46E+01	***
	L	-6,83E-03	ns	5,54E-03	ns	-3,91E-02	*	-7,37E-03	ns
	Р	2,10E-01	***	1,56E-01	***	6,66E-02	ns	-3,78E-02	ns
	$L^2$	-3,10E-05	ns	-3,36E-05	ns	1,20E-04	ns	-5,85E-05	ns
	P*L	2,68E-04	ns	1,01E-04	ns	1,39E-04	ns	2,39E-04	ns
	$P^2$	-2,07E-03	***	-1,64E-03	***	-6,22E-04	ns	-1,25E-04	ns
Al	$R^2$	0,596	ns	0,363	***	0,138	ns	0,055	ns
	1	7,56E-01	***	7,88E-01	***	1,40E+00	***	8,49E-01	***
	L	1,47E-04	ns	1,36E-03	ns	-3,91E-03	ns	-7,04E-04	ns
	Р	4,16E-04	ns	1,68E-02	**	-8,57E-03	ns	1,82E-04	ns
	$L^2$	5,38E-07	ns	-8,09E-06	ns	9,50E-06	ns	2,58E-06	ns
	P*L	-1,00E-05	ns	-4,48E-06	ns	2,98E-05	ns	4,44E-06	ns
	$P^2$	6,52E-06	ns	-8,72E-05	*	2,12E-05	ns	-8,31E-06	ns
m	$R^2$	0,681	***	0,632	***	0,457	***	0,623	***
	I	3,49E-01	ns	-1,19E+00	ns	2,64E+00	***	1,74E+00	***
	L	-6,16E-03	ns	1,38E-02	ns	-1,67E-02	*	-4,44E-03	ns
	Р	6,54E-02	**	2,45E-01	***	4,36E-02	*	5,95E-02	***
	$L^2$	2,26E-05	ns	-4,76E-05	ns	5,31E-05	ns	-1,32E-07	ns
	P*L	8,56E-05	ns	-4,61E-05	ns	9,95E-05	ns	7,05E-05	ns
	$P^2$	-1,43E-04	ns	-1,38E-03	***	-2,47E-04	ns	-3,12E-04	*
С	$R^2$	0,027	ns	0,671	ns	0,830	***	0,727	***
	I	4,53E+00	***	6,26E+00	***	7,24E+00	***	7,43E+00	***
	L	-3,15E-03	ns	4,45E-03	ns	4,61E-03	ns	-7,86E-03	ns
	Р	-3,40E-03	ns	-8,92E-02	***	-1,29E-01	***	-1,11E-01	***
	$L^2$	2,19E-05	ns	-1,98E-05	ns	-1,81E-05	ns	1,82E-05	ns
	P*L	-2,66E-05	ns	-2,85E-06	ns	7,38E-06	ns	8,02E-05	ns
	$P^2$	-1,61E-05	ns	4,63E-04	***	7,81E-04	***	6,14E-04	***

(continuação)

Tabela 3.6 – Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

Var.		Set/07		Mar/08		Set/08		Mar/09	
$\delta^{13}C$	$R^2$	0,321	ns	0,332	***	0,537	***	0,149	*
	1	-1,93E+01	***	-1,78E+01	***	-1,71E+01	***	-1,73E+01	***
	L	4,53E-03	ns	5,68E-03	ns	-1,92E-04	ns	-1,02E-02	ns
	Р	1,70E-02	ns	-5,86E-02	***	-9,24E-02	***	-5,47E-02	*
	$L^2$	8,40E-07	ns	-2,33E-05	ns	-1,70E-05	ns	5,95E-06	ns
	P*L	-8,09E-05	ns	-2,98E-05	ns	2,68E-05	ns	7,41E-05	ns
	$P^2$	-9,01E-05	ns	4,87E-04	***	6,87E-04	***	3,28E-04	ns
N	$R^2$	0,012	ns	0,694	***	0,846	***	0,746	***
	1	3,71E-01	***	5,29E-01	***	6,47E-01	***	6,57E-01	***
	L	-2,98E-04	ns	3,45E-04	ns	4,59E-04	ns	-5,66E-04	ns
	Р	2,98E-04	ns	-6,76E-03	***	-1,05E-02	***	-8,97E-03	***
	$L^2$	1,69E-06	ns	-1,60E-06	ns	-1,75E-06	ns	1,62E-06	ns
	P*L	-1,46E-06	ns	3,52E-07	ns	-9,09E-02	ns	4,36E-06	ns
	$P^2$	-4,64E-06	ns	2,98E-05	***	5,97E-05	***	4,93E-05	***
$\delta^{15}N$	$R^2$	0,038	ns	0,614	***	0,483	***	0,569	***
	1	9,41E+00	***	6,49E+00	***	7,51E+00	***	7,04E+00	***
	L	5,22E-03	ns	7,08E-03	ns	5,39E-03	ns	2,86E-03	ns
	Р	-1,27E-02	ns	6,59E-02	***	6,89E-02	***	7,31E-02	***
	$L^2$	-1,31E-05	ns	-2,01E-05	ns	-2,21E-05	ns	-9,09E-06	ns
	P*L	-5,83E-05	ns	-5,06E-05	ns	-2,03E-05	ns	6,38E-07	ns
	$P^2$	1,65E-04	ns	-3,53E-04	***	-6,27E-04	***	-6,25E-04	***
CN	$R^2$	0,200	***	0,390	***	0,388	***	0,292	***
	I	1,20E+01	***	1,19E+01	***	1,14E+01	***	1,15E+01	***
	L	4,12E-04	ns	1,24E-03	ns	-1,37E-03	ns	-2,97E-03	ns
	Р	-1,56E-02	ns	-3,15E-02	***	-4,05E-02	***	-3,91E-02	***
	$L^2$	1,30E-05	ns	3,02E-07	ns	6,48E-06	ns	-3,46E-06	ns
	P*L	-3,47E-05	ns	-3,54E-05	ns	1,18E-05	ns	8,72E-05	ns
	$P^2$	8,00E-05	ns	3,94E-04	***	3,46E-04	***	2,22E-04	***
Р	$R^2$	0,350	***	0,441	***	0,208	*	0,643	***
	I	8,69E+01	***	4,02E+01	***	4,03E+01	ns	3,90E+01	***
	L	6,16E-02	ns	-1,63E-02	ns	2,86E-01	ns	1,07E-01	ns
	Р	-1,58E-01	ns	-7,59E-01	***	-7,73E-01	ns	-1,03E+06	***
	$L^2$	-5,90E-04	ns	-6,49E-05	ns	-7,36E-04	ns	-2,84E-04	ns
	P*L	3,28E-05	ns	2,99E-04	ns	-1,74E-03	ns	-6,18E-04	ns
	$P^2$	-7,24E-03	ns	3,81E-03	*	3,85E-03	ns	6,64E-03	***

Tabela 3.6 - Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

			<sub>z</sub> o ue	2008, setembro de 2	2006				
Var.	_ 2	Set/07	de de de	Mar/08		Set/08	4. * *	Mar/09	ala de de
K	$R^2$	0,850	***	0,140		0,736	***	0,860	***
	I	1,66E+00	***	2,92E+00		3,66E+00	***	3,64E+00	***
	L	5,51E-05	ns	-1,93E-02	ns	-7,81E-03	*	-3,48E-03	ns
	Р	-2,75E-02	***	-1,83E-03	ns	-6,33E-02	***	-5,75E-02	***
	$L^2$	-4,58E-06	ns	1,13E-04	*	1,74E-05	ns	-6,89E-07	ns
	P*L	1,14E-05	ns	-1,70E-04	ns	6,68E-05	*	2,55E-05	ns
	$P^2$	1,32E-04	***	5,96E-05	ns	3,23E-04	***	2,93E-04	***
Ca	$R^2$	0,477	***	0,702	***	0,780	***	0,555	***
	I	5,25E+01	***	3,33E+01	***	3,16E+01	***	2,50E+01	***
	L	-4,93E-02	ns	1,82E-02	ns	2,85E-02	ns	4,37E-02	ns
	Р	-6,76E-01	**	-7,18E-01	***	-4,42E-01	***	-3,33E-01	***
	$L^2$	4,22E-06	ns	-1,20E-04	ns	-9,60E-05	ns	-1,86E-05	ns
	P*L	4,35E-06	ns	3,59E-05	ns	-1,46E-04	ns	-5,45E-04	ns
	$P^2$	2,68E-03	ns	4,74E-03	***	2,32E-03	***	1,85E-03	*
Mg	$R^2$	0,622	***	0,626	***	0,687	***	0,595	***
	I	4,00E+01	***	1,70E+01	***	1,79E+01	***	1,45E+01	***
	L	-4,33E-02	ns	6,70E-03	ns	8,37E-03	ns	1,14E-02	ns
	Р	-6,22E-01	***	-3,25E-01	***	-3,33E-01	***	-2,35E-01	***
	$L^2$	1,39E-05	ns	-6,31E-05	ns	-7,06E-05	ns	-1,21E-05	ns
	P*L	5,06E-04	ns	1,75E-05	ns	4,60E-05	ns	-1,59E-04	ns
	$P^2$	2,57E-03	*	2,13E-03	***	2,05E-03	***	1,61E-03	***
S	$R^2$	0,359	***	0,707	***	0,423	***	0,731	***
	I	-1,55E+01	ns	-1,29E+00	ns	8,12E+00	ns	-5,25E+00	ns
	L	3,14E-01	ns	1,79E-02	ns	2,86E-02	ns	1,09E-01	**
	Р	5,08E+06	***	4,92E-01	***	4,81E-01	*	7,51E-01	***
	$L^2$	-2,04E-03	ns	-1,44E-04	ns	-1,83E-04	ns	-5,63E-04	***
	P*L	1,62E-03	ns	3,88E-04	ns	1,15E-04	ns	6,74E-06	ns
	$P^2$	-4,58E-02	***	-2,42E-03	**	-1,96E-03	ns	-3,75E-03	***
В	$R^2$	0,618	***	0,637	***	0,296	**	0,254	***
	I	2,49E-01	***	3,67E-01	***	2,51E-01	***	3,07E-01	***
	L	1,78E-05	ns	-1,62E-04	ns	5,33E-05	ns	-1,50E-04	*
	P	1,26E-04	ns	-2,04E-03	**	-2,67E-04	ns	-5,33E-04	
	L <sup>2</sup>	1,28E-01	ns	1,70E-06	ns	-4,38E-07	ns	5,40E-07	ns
	P*L	-8,39E-07	ns	-1,71E-06	ns	8,23E-07	ns	1,68E-06	ns
	P <sup>2</sup>	-2,93E-06	**	5,60E-06	ns	2,59E-01	ns	1,07E-06	ns

(Continuação)

Tabela 3.6 – Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

			ço de	2008, setembro de 2	:008 e				
Var.		Set/07		Mar/08		Set/08		Mar/09	
Cu	$R^2$	0,705	***	0,313	***	0,518	***	0,625	***
	I	7,81E-01	***	1,07E+00	***	9,19E-01	***	8,44E-01	***
	L	4,35E-04	ns	2,48E-03	ns	3,90E-03	*	2,03E-04	ns
	Р	-2,90E-03	ns	-1,31E-02	ns	-1,44E-02	*	-1,26E-02	***
	$L^2$	1,05E-06	ns	4,51E-06	ns	-7,34E-06	ns	-1,21E-06	ns
	P*L	-3,86E-06	ns	-5,19E-05	**	-3,22E-05	ns	-2,26E-06	ns
	$P^2$	-2,10E-05	ns	1,00E-04	ns	8,77E-05	ns	5,56E-05	*
Fe	$R^2$	0,493	***	0,558	***	0,732	***	0,613	***
	I	7,02E+00	***	1,69E+01	***	7,07E+00	***	1,87E+01	***
	L	-9,52E-04	ns	-4,96E-03	ns	4,97E-03	ns	-9,52E-03	ns
	Р	1,84E-02	ns	-2,34E-01	***	-7,45E-03	ns	-2,28E-01	***
	$L^2$	-8,18E-06	ns	1,67E-05	ns	-3,59E-05	ns	4,87E-05	ns
	P*L	6,10E-05	ns	6,67E-05	ns	-1,46E-05	ns	-2,82E-05	ns
	$P^2$	-6,48E-04	**	1,02E-03	*	-5,91E-04	**	9,54E-04	*
Ni	$R^2$	0,714	***	0,822	***	0,201	*	0,485	***
	ı	8,23E-02	***	1,50E-01	***	5,36E-02	***	1,33E-01	***
	L	1,20E-04	ns	-4,43E-05	ns	-1,31E-06	ns	-5,65E-08	ns
	Р	-6,31E-04	*	-2,38E-03	***	-4,77E-04	ns		*
	$L^2$	-5,14E-07	ns	1,11E-07	ns	-6,09E-02	ns	7,86E-07	ns
	P*L	-3,76E-07	ns	6,21E-07	ns	-2,40E-07	ns	-2,20E-06	ns
	$P^2$	-9,65E-07	ns	1,01E-05	***	1,81E-06	ns	5,13E-06	ns
Zn	$R^2$	0,753	***	0,894	***	0,851	***	0,754	***
	I	1,71E+00	***	1,96E+00	***	1,77E+00	***	2,19E+00	***
	L	-9,86E-04	ns	1,27E-03	ns	2,44E-03	ns	2,53E-03	ns
	– P	-3,12E-02	***	-4,48E-02	***	-4,08E-02	***	-5,54E-02	***
	L <sup>2</sup>	8,46E-06	ns	-7,18E-07	ns	-6,01E-06	ns	-3,45E-07	ns
	- P*L	-1,58E-05	ns	-1,62E-05	ns	-1,71E-05	ns	-3,20E-05	ns
	$P^2$	1,90E-04	***	3,00E-04	***	2,56E-04	***	3,69E-04	***
Pb	$R^2$	0,260	***	0,068	ns	0,656	***	0,077	ns
. ~	l l	5,87E-01	***	8,33E-01	***	7,27E-01	***	6,14E-01	***
	L	-1,10E-03		-1,45E-03	ns	3,75E-04	ns	-2,33E-05	ns
	Р	5,14E-03	***	2,63E-03	ns	3,43E-03	ns	1,53E-03	ns
	L <sup>2</sup>	3,95E-06	ns	6,54E-06	ns	-2,48E-07	ns	-2,75E-06	ns
	P*L	8,35E-07	ns	4,92E-07	ns	-7,85E-06	ns	2,49E-06	ns
	P <sup>2</sup>	-4,18E-05	***	-2,79E-05	ns	-5,90E-05	***	-1,27E-05	ns
	٢	<del>-4</del> ,10⊏-U5		-∠,/9E-U5		-5,90⊑-05		-1,∠1⊏-05	

(continuação)

Tabela 3.6 – Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

\/ar			3	e 2008, setembro de Mar/08		Set/08		Mar/09	
Var. Na	R <sup>2</sup>	Set/07 0,450	***	0,033	ns	0,852	***	0,685	***
INa			***	3,06E-01	ns	3,23E-01	*	4,72E-02	ns
	1	1,16E-01 4,77E-05	ns	2,00E-03	ns		***		*
	L		***		ns	1,66E-02	ns	2,58E-03	*
	P L <sup>2</sup>	-3,69E-04	ns	5,44E-03	ns	-6,64E-04	**	6,86E-03	ns
		1,05E-07	ns	-5,43E-06	ns	-2,81E-05	***	-8,87E-06	***
	P*L	-3,02E-07		-1,62E-05	ns	-1,02E-04	ns	4,08E-05	ns
	$P^2$	2,58E-06	**	-4,76E-05		-2,52E-05		-4,88E-05	
PST	$R^2$	0,756	***	0,073	ns	0,776	***	0,764	***
	I	1,03E-01	**	1,82E-01	ns	-1,65E-01	ns	4,62E-02	ns
	L	-9,92E-05	ns	5,86E-03	ns	3,30E-02	***	3,57E-03	*
	Р	2,91E-03	*	3,13E-02	**	4,50E-02	**	1,78E-02	ns
	$L^2$	9,88E-07	ns	-1,58E-05	ns	-5,67E-05	**	-2,04E-05	ns
	P*L	5,61E-06	ns	-2,97E-05	ns	-1,66E-04	***	1,93E-04	***
	$P^2$	3,80E-06	ns	-2,16E-04	ns	-4,27E-04	***	-7,81E-05	ns
SB	$R^2$	0,563	***	0,662	***	0,808	***	0,618	***
	1	9,43E+01	***	5,36E+01	***	5,35E+01	***	4,32E+01	***
	L	-9,25E-02	ns	7,61E-03	ns	4,55E-02	ns	5,42E-02	ns
	Р	-1,33E+06	***	-1,04E+06	***	-8,39E-01	***	-6,19E-01	***
	$L^2$	1,36E-05	ns	-7,51E-05	ns	-1,77E-04	ns	-4,02E-05	ns
	P*L	5,21E-04	ns	-1,32E-04	ns	-1,34E-04	ns	-6,38E-04	ns
	$P^2$	5,38E-03	ns	6,88E-03	***	4,66E-03	***	3,69E-03	***
CTC	$R^2$	0,544	***	0,672	***	0,810	***	0,692	***
	I	1,02E+02	***	6,42E+01	***	6,53E+01	***	5,77E+01	***
	L	-9,93E-02	ns	1,32E-02	ns	6,41E-03	ns	4,69E-02	ns
	Р	-1,12E+06	**	-8,83E-01	***	-7,73E-01	***	-6,57E-01	***
	$L^2$	-1,73E-05	ns	-1,09E-04	ns	-5,71E-05	ns	-9,88E-05	ns
	P*L	7,90E-04	ns	-3,12E-05	ns	4,45E-06	ns	-3,99E-04	ns
	$P^2$	3,30E-03	ns	5,25E-03	***	4,04E-03	***	3,57E-03	***
V	$R^2$	0,731	***	0,675	***	0,710	***	0,471	***
V	ı	9,86E+01	***	9,01E+01	***	8,27E+01	***	7,58E+01	***
		2,18E-02	ns	-2,63E-02	ns	9,87E-02		2,59E-02	ns
	L P		***		***		***		**
	L <sup>2</sup>	-8,54E-01	ns	-1,06E+06	ns	-5,27E-01	ns	-3,86E-01	ns
		2,17E-05		6,29E-05	ns	-3,37E-04	ns	1,52E-04	ns
	P*L	-1,05E-03		-2,15E-04		-3,19E-04		-7,43E-04	
	$P^2$	5,12E-03	***	7,79E-03	***	2,76E-03	**	2,62E-03	**

(conclusão)

Tabela 3.6 – Superfícies de resposta para as variáveis analisadas no solo, em função da lâmina de irrigação com EET e da profundidade do solo. Dados das amostragens de solo de setembro de 2007, março de 2008, setembro de 2008 e março de 2009

Var.		Set/0	7	Mar/08	3	Set/08	;	Mar/09	)
PCT	$R^2$	0,511	***	0,713	***	0,551	***	0,378	***
	I	5,45E+01	***	5,75E+01	***	4,79E+01	***	4,32E+01	***
	L	3,06E-02	ns	3,71E-03	ns	6,81E-02	*	4,04E-02	ns
	Р	-4,42E-01	**	-8,88E-01	***	-1,46E-01	ns	-1,26E-01	ns
	$L^2$	5,56E-06	ns	-8,99E-05	ns	-2,21E-04	ns	7,87E-05	ns
	P*L	-1,37E-03	ns	1,73E-04	ns	-3,28E-04	ns	-7,56E-04	ns
	$P^2$	3,19E-03	*	6,28E-03	***	3,60E-04	ns	3,39E-04	ns
PMT	$R^2$	0,613	***	0,332	***	0,461	***	0,269	***
	1	4,22E+01	***	2,76E+01	***	2,89E+01	***	2,57E+01	***
	L	-8,98E-03	ns	9,61E-03	ns	1,33E-02	ns	-8,52E-03	ns
	Р	-4,10E-01	***	-2,82E-01	***	-3,66E-01	***	-2,19E-01	***
	$L^2$	1,37E-05	ns	-8,35E-05	ns	-9,66E-05	ns	9,37E-05	ns
	P*L	2,95E-04	ns	-4,47E-05	ns	3,76E-05	ns	-2,31E-04	ns
	$P^2$	1,93E-03	**	2,15E-03	***	2,63E-03	***	2,14E-03	***
PKT	$R^2$	0,091	ns	0,115	ns	0,458	***	0,499	***
	1	1,76E+00	***	4,82E+00	ns	6,01E+00	***	6,81E+00	***
	L	1,61E-04	ns	-4,56E-02	ns	-1,58E-02	*	-9,62E-03	ns
	Р	-5,28E-03	ns	7,53E-02	ns	-6,01E-02	**	-5,92E-02	**
	$L^2$	1,70E-06	ns	2,52E-04	*	3,73E-05	ns	-3,40E-07	ns
	P*L	1,18E-05	ns	-3,14E-04	ns	1,38E-04	*	5,27E-05	ns
	$P^2$	-1,20E-05	ns	-4,22E-04	ns	2,04E-04	ns	2,17E-04	ns

<sup>-</sup> I, L, P, L<sup>2</sup>, P\*L, P<sup>2</sup> são os coeficientes do modelo sendo: I = intercepto; P = efeito linear da profundidade; P<sup>2</sup> = efeito quadrático da profundidade; L = efeito linear das lâminas de irrigação com EET; L<sup>2</sup> = efeito quadrático das lâminas de irrigação com EET; P\*L = interação entre profundidade e lâmina;

<sup>-</sup> HAI = acidez potencial;

<sup>-</sup> m (saturação por Al) = Al / SB + Al;

<sup>-</sup> CN = relação C:N;

<sup>-</sup> PST (porcentagem de saturação por Na) = Na /CTC<sub>t</sub> \* 100 (FREIRE; FREIRE, 2007);

<sup>-</sup> SB (soma de bases) = Ca + Mg + K + Na;

<sup>-</sup> CTC<sub>t</sub> (capacidade de troca de cátions total a pH 7,0) = SB + (H+AI);

<sup>-</sup> V (saturação por bases) = SB / CTC<sub>t</sub> \* 100;

<sup>-</sup> PCT (porcentagem de cálcio trocável) = Ca / CTC<sub>t</sub> \* 100 (FONSECA, 2005);

<sup>-</sup> PMT (porcentagem de magnésio trocável) Mg / CTC<sub>t</sub> \* 100 (FONSECA, 2005);

<sup>-</sup> PKT (porcentagem de potássio trocável) K / CTC<sub>t</sub> \* 100 (FONSECA, 2005);

 $<sup>-\</sup>delta^{13}$ C e  $\delta^{15}$ N são expressos em %; C e N expressos em g kg<sup>-1</sup>; K, Ca, Mg, Na, AI, HAI, SB, CTC são expressos em mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>; P, S, C, Cu, Fe, Ni, Zn, Pb são expressos em mg kg<sup>-1</sup>; m, V, PCT, PKT, PMT e PKT são expressos em porcentagem;

<sup>-</sup> ns - não significativo;

<sup>\*, \*\*, \*\*\*</sup> significativo a P < 0.05, P < 0.01 e P < 0.001, respectivamente.

#### 3.3.2.1 Acidez do solo

Na amostragem de solo feita em setembro de 2008 foi observada a influência da irrigação com EET no pH<sub>CaCl2</sub> (Tabela 3.6). O efeito das lâminas de irrigação foi notável, principalmente na camada superficial do solo (0-20 cm), onde o pH aumentou de aproximadamente 5,9, no tratamento controle (0%), para 6,4 no tratamento 200% da ETc (Figura 3.4). O pH reduziu em profundidade e o efeito das lâminas de irrigação foi menos pronunciado nas camadas mais profundas do solo. Entretanto, em todo o perfil amostrado houve uma leve alcalinização do solo com o aumento das lâminas de irrigação.

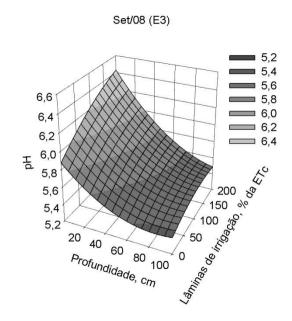
A diminuição da acidez de solos agrícolas é bastante favorável. Conforme Quaggio (2000) existe uma estreita correlação com a melhoria da fertilidade do solo com o aumento do pH e a saturação por bases (pH<sub>CaCl2</sub> =  $3,66 + 0,027 \times V\%$ ; r =  $0,97^{**}$ ).

A necessidade de calcário para os citros no Estado de São Paulo é geralmente calculada com base no saturação por bases de 70% na camada superficial do solo (0-20 cm), que corresponde ao pH<sub>CaCl2</sub> 5,5 (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Neste estudo, a calagem foi realizada buscando elevar a saturação por bases a 70%. Com base na superfície de resposta obtida (Figura 3.4) para tratamento 0% da ETc, na profundidade de 20 cm, o pH<sub>CaCl2</sub> estimado foi de 5,6, valor que é coerente com o proposto por Quaggio; Mattos Jr e Cantarella (2005). Comparando-se a lâmina de 100% da ETc com o tratamento sem irrigação (0%), houve um acréscimo de aproximadamente 0,5 ponto no pH <sub>CaCl2</sub>.

Ao longo do tempo, o solo irrigado com EET tende a apresentar valores de pH semelhante aos do EET (WALKER; LIN, 2008). Assim, como neste estudo, outros autores também verificaram o aumento de 0,5 a 1,0 ponto no pH de um solo irrigado com EET (QIAN; MECHAM, 2005; GLOAGUEN et al., 2007; HERPIN et al., 2007; HASSANLI et al., 2008; WALKER; LIN, 2008; PEDRERO; ALARCON, 2009).

A faixa ideal de disponibilidade dos nutrientes para a maioria das plantas cultivadas se situa no estreito intervalo de pH<sub>CaCl2</sub> entre 5,4 e 6,4 (IPF, 1998). Na camada superficial do solo, todos os valores observados mantiveram-se dentro desta faixa. Firme (2007) observou diminuição da acidez ativa do solo após a irrigação com

EET e relatou que as principais razões para este processo estavam: i) a alcalinidade do EET; ii) a adição de íons trocáveis provenientes do EET, e; iii) as alterações na dinâmica do N, liberando OH<sup>-</sup> para o sistema devido a denitrificação e/ou redução do NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.



 $pH = 5,87E+00 + 3,92E-04 \times L - 1,11E-02 \times P - 5,63E-06 \times L^2 - 2,13E-05 \times P \times L + 6,20E-05 \times P^2$ 

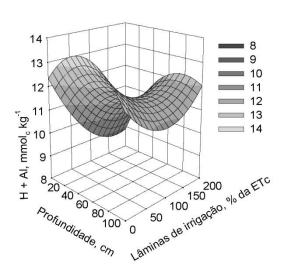
Figura 3.4 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado no pH<sub>CaCl2</sub> nas diferentes camadas do perfil do solo

Ainda, para a amostragem de solo realizada em setembro de 2008, houve a influência positiva da irrigação com EET na diminuição da acidez potencial (H+Al) (Figura 3.5). A acidez potencial na superfície do solo (0-20 cm) reduziu de aproximadamente 12 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> no tratamento 0% para 9 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> no tratamento 200% da ETc, tendo o seu ponto de mínima em 151% da ETc conforme a derivação do ajuste (sendo P = 20 e  $\partial \hat{H} + Al/\partial L = 0$ ).

A acidez potencial representa a concentração de íons H<sup>+</sup> e Al<sup>3+</sup> que ainda não se dissociaram do complexo de troca e estão em equilíbrio com os da solução do solo. A determinação da acidez potencial é realizada com soluções de sais tamponados que retiram os íons H<sup>+</sup> que ocupam as cargas negativas dependentes do pH (QUAGGIO, 2000). A diminuição da acidez potencial constatada neste estudo indica que o íons fornecidos pelo EET, como CaCO<sub>3</sub>, possivelmente removeram os íons H<sup>+</sup> fortemente retidos nos colóides do solo através de ligações do tipo covalente. A remoção de H<sup>+</sup> da

fase sólida do solo libera as cargas negativas dos colóides, consequentemente, pode aumentar a CTC do solo. A diminuição de H+Al após a irrigação com EET também foi observada por Firme (2007); Gloaguen et al. (2007) e Leal (2007).

Set/08 (E3)

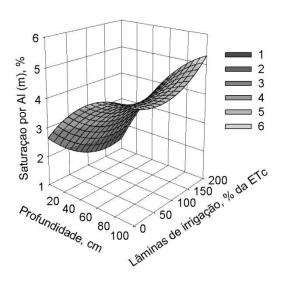


H+AI = 1,17E+01 - 3,91E-02 x L + 6,66E-02 x P + 1,20E-04 x L <sup>2</sup> + 1,39E-04 x P x L - 6,22E-04 x P<sup>2</sup>
Figura 3.5 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na acidez potencial (H+AI) nas diferentes camadas do perfil do solo

A saturação por Al na camada superficial reduziu ~ 1% da lâmina 0% da ETc para 200% da ETc. Com a derivação do polinômio obtido, considerando a profundidade de 20 cm o valor mínimo de saturação por Al foi observado em 138% da ETc (sendo P = 20 e  $\partial \hat{m}/\partial L$  = 0). A saturação por Al aumentou com a profundidade do solo e foi menos influenciada pela irrigação com EET nas camadas mais profundas do perfil (Figura 3.6).

Os menores valores da saturação por AI, após a irrigação com EET, indicam a diminuição da ocupação de cargas negativas dos colóides do solo por AI<sup>3+</sup>. Este resultado é desejável, pois, o AI é tóxico para as culturas agrícolas. O índice m% é indicado para medir o potencial de toxicidade de AI<sup>3+</sup> para as plantas. Quando m > 30% há limitação no crescimento das raízes para maioria das espécies cultivadas (QUAGGIO, 2000). Contudo, neste trabalho os valores observados não foram superiores a 5%.





m = 2,64E+00 - 1,67E-02 x L + 4,36E-02 x P + 5,31E-05 x L <sup>2</sup> + 9,95E-05 x P x L - 2,47E-04 x P<sup>2</sup>
Figura 3.6 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na saturação por Al (m%) nas diferentes camadas do perfil do solo

O decréscimo da acidez ativa e potencial do solo e da saturação por Al ocasionada pela irrigação com EET é um fato bastante atrativo ao uso desta técnica, especialmente em solos sob clima tropical, que no geral se caracterizam por sua baixa fertilidade. Um dos principais problemas inerentes ao cultivo nestes solos é a elevada acidez. Aproximadamente, 70% dos solos brasileiros são ácidos e em 40% a produtividade é reduzida pela metade (QUAGGIO, 2000).

Os resultados alcançados neste estudo reforçam aqueles obtidos anteriormente e deixam evidente o efeito alcalino proporcionado pela irrigação com EET. O decréscimo das variáveis utilizadas para avaliação da acidez do solo (pH<sub>CaCl2</sub>, H+Al e m%), após a irrigação com EET, deve-se principalmente, a grande quantidade de HCO<sub>3</sub> contido no EET e, ainda, ao aumento da concentração de Na no complexo de troca que será discutido adiante.

Conforme as reações químicas 3, 4 e 5, a correção da acidez do solo ocorre pela precipitação do Al<sup>3+</sup> na forma de Al(OH)<sub>3</sub>. A base forte CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> é o principal responsável pela hidrólise (1) da água e formação do íon OH<sup>-</sup> (2) (SOUSA; MIRANDA; OLIVEIRA, 2007). Conforme calculado, a irrigação com EET pode fornecer aproximadamente151 g

planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> equivalente em CaCO<sub>3</sub><sup>-</sup> para plantas jovens e 1.400 g planta<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de CaCO<sub>3</sub><sup>-</sup> para plantas adultas.

$$CaCO_3 + H_2O \rightarrow Ca^{2+} + HCO_3^-$$
 (1)  
 $HCO_3^- + H_2O \rightarrow CO_2 + OH^- + H_2O$  (2)  
 $Al^{3+} + OH^- \rightarrow Al(OH)^{2+}$  (3)  
 $Al(OH)^{2+} + OH^- \rightarrow Al(OH)_2^+$  (4)  
 $Al(OH)_2^+ + OH^- \rightarrow Al(OH)_3$  (5)

Esta justificativa é corroborada com os resultados apresentados por Qian e Mecham (2005) e Walker; Lin (2008). Ao longo do tempo este processo pode reduzir o custo de produção por eliminar (WALKER; LIN, 2008) ou diminuir a necessidade de aplicação de calcário. Contudo, a calagem deve ser considerada não somente em relação à neutralização da acidez e do Al tóxico mas também como fonte de Ca e Mg. Neste estudo não foram encontradas influências da irrigação com EET sobre a concentração de Ca e Mg.

# 3.3.2.2 Enxofre e potássio no solo

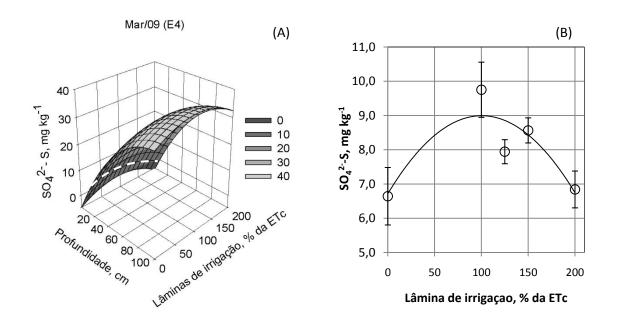
O teor de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> no solo foi influenciado pelas lâminas de irrigação com EET na última época de amostragem (março de 2009) (Figura 3.7-A). Considerando a profundidade de 20 cm, o teor de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> mínimo encontrado foi próximo aos tratamentos 0 e 200% da ETc e o ponto de máxima concentração ocorreu próximo a lâmina de 98% da ETc conforme o polinômio obtido (sendo P = 20 e  $\partial \widehat{SO}_4^{2-}/\partial L = 0$ ). A mesma influência das lâminas de irrigação constatada na camada superficial do solo foi mantida até a profundidade de 100 cm.

De maneira geral, o teores de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> no solo, nas camadas superficiais foram inferiores aos encontrados em subsuperficie (Figura 3.7-A). Possivelmente, este fato é consequência dos maiores valores de pH encontrados na superfície do solo (Figura 3.4). De acordo com Alvarez et al. (2007) com a elevação do pH, os íons OH<sup>-</sup> deslocam progressivamente o SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> fixado e/ou adsorvido ao complexo de troca, favorecendo sua

lixiviação.

A diminuição na concentração de  $SO_4^{2^-}$  no solo, observada para as lâminas 125, 150 e 200%, pode estar relacionada ao aumento relativo de espécies iônicas como  $NaSO_4^-$  e  $MgSO_4$ , e a lixiviação destas espécies. Buscando evitar a lixiviação deste elemento para o lençol freático, um cuidado especial deve ser tomado para a irrigação com EET, principalmente, nos solos pouco profundos ou com lençol freático raso. Conforme calculado (Tabela 3.5), o EET pode adicionar o equivalente a 108 vezes ao exportado pela colheita.

De acordo com RAIJ et al. (1997) teores de 0-4, 5-10 e >10 mg kg<sup>-1</sup> de  $SO_4^2$ -S no solo são considerados respectivamente baixo, médio e alto. Pela figura 3.7-B observa-se que o transecto a 20 cm de profundidade apresenta teores classificados como médios de S no solo. O teor máximo foi estimado para a lâmina de 113% da ETc (dado:  $SO_4^2$ -S = -2,00E+04 x L<sup>2</sup> + 4,54E-02 x L + 6,71E+00;  $\partial \widehat{SO}_4^2$ -/ $\partial L$  = 0).



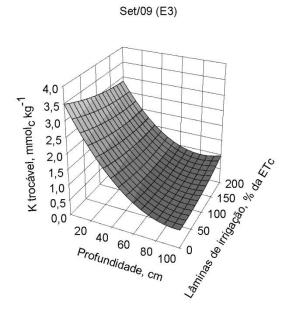
 $S = -5,25E+00 + 1,09E-01 \times L + 7,51E-01 \times P - 5,63E-04$   $SO4^{2-}-S = -2,00E+04 \times L^2 + 4,54E-02 \times L + \times L^2 + 6,74E-06 \times P \times L - 3,75E-03 \times P^2$  6,71E+00;  $R^2 = 0,780^*$ 

Figura 3.7 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado no teor de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> nas diferentes camadas do perfil do solo (A) e no transecto a 20 cm de profundidade (B)

Em setembro de 2008 houve um pequeno decréscimo nos teores de K trocável com o aumento das lâminas de irrigação (Figura 3.8). Na camada 0-20 cm o teor

máximo de K no solo foi encontrado no solo sob tratamento 0% da ETc e o teor mínimo próximo ao tratamento 200% da ETc. Contudo, a diferença entre estes extremos foi de apenas 0,5 mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>.

O decréscimo no teor de K trocável deve-se ao deslocamento de K do complexo de troca, causado pelo aumento da concentração de Na. A diminuição de K em função das lâminas de irrigação com EET também foi observada em estudos anteriores (MORGAN et al., 2008; FONSECA, 2005; LEAL, 2007). As lâminas de irrigação excessivas (125, 150 e 200%) podem também ter influenciado a lixiviação do K, que assim como o Na, possuem menor força de retenção no complexo de troca. Neste estudo o teor de K trocável no solo, em todos os tratamentos, continuavam dentro do alto limite de interpretação (>3,0 mmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>) (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Então, o pequeno efeito negativo da redução de K pelas lâminas de irrigação não foi prejudicial à fertilidade do solo.



 $K = 3,66E+00 - 7,81E-03 \times L - 6,33E-02 \times P + 1,74E-05 \times L^2 + 6,68E-05 \times P \times L + 3,23E-04 \times P^2$ 

Figura 3.8 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado no teor de K trocável nas diferentes camadas do perfil do solo

### 3.3.2.3 Boro, cobre e chumbo no solo

Em setembro de 2007, houve um discreto aumento no teor de B disponível no solo proporcional às lâminas de irrigação aplicadas (Tabela 3.9). Na camada superficial do solo houve uma pequena diferença no teor de B disponível, considerando as lâminas

de 0 e 200% da ETc, de aproximadamente 0,005 mg kg<sup>-1</sup>. Em profundidade (80-100 cm) houve a tendência inversa, ou seja, os teores de B diminuíram com as lâminas de irrigação.

O aumento do teor de B disponível no solo está ligado diretamente à sua adição (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) via EET bem como indiretamente pelo efeito alcalinizante do EET.

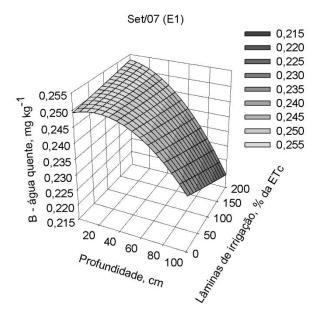
A disponibilidade de B é extremamente dependente do pH do solo. Geralmente o B é menos disponível com o aumento do pH do solo (SOARES; CASAGRANDE; ALLEONI, 2008). Segundo estes autores, o pH influencia tanto na definição da carga superficial dos colóides quanto, no controle da espécie predominante na solução. Esta informação se opõe ao observado neste estudo, pois, o pH do solo teve correlação positiva com as lâminas de irrigação e ainda assim houve aumento na concentração de B foliar. Provavelmente o aumento do pH (5,9-6,4) proporcionado pelas lâminas de irrigação com EET, não foi suficiente para diminuir a disponibilidade de B, e/ou, o aumento da concentração efetiva de B (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) no solo via EET predominou sobre o aumento do pH.

O B é um dos micronutrientes mais importantes para a produção dos citros, cujos sintomas visuais de deficiência são os mais frequentes (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Em todos os tratamentos, os teores de B no solo encontram-se dentro do limite baixo (< 0,60 mg kg<sup>-1</sup>), conforme padrões de interpretação de solo para os citros (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). O aumento de B no solo é mais um fator favorável para irrigação com EET em solos sob clima tropical, geralmente pobres neste nutriente. Além disto, Vitti et al., (1993) relatam que o B aplicado via solo é mais eficiente para correção da deficiência na planta, quando comparado com a pulverização foliar. A adição de B no solo encontrada corrobora com Qian e Mecham, (2005) que obtiveram um aumento de 28% no teor de B no solo após quatro anos de irrigação com EET.

Todavia, trabalhos prévios mostraram problemas relativos a toxicidade do B em culturas irrigadas com EET (REBOLL et al., 2000; TOZE, 2006), principalmente, se a concentração de B no EET for superior a 0,75 mg L<sup>-1</sup> (USEPA, 2004). Neste estudo, a concentração média de B no EET foi de 0,258±0,073 mg L<sup>-1</sup>, inferior àquela concentração potencialmente tóxico. Além disso, conforme estimado, o EET fornece

aproximadamente 1,6 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>, o que representa 85% da dose recomendada conforme Abreu; Lopes e Santos (2007).

Assim, nas condições deste estudo, o EET pode contribuir para o aumento no teor de B no solo sem riscos de toxidez à cultura. Todavia, ressalta-se que o acréscimo de B proporcionado pelas lâminas de irrigação esteve na ordem de 0,005 mg kg<sup>-1</sup>, ou seja, muito pequeno.



B = 3,07E-01 - 1,50E-04 x L - 5,33E-04 x P + 5,40E-07 x L<sup>2</sup> + 1,68E-06 x P x L + 1,07E-06 x P<sup>2</sup>

Figura 3.9 — Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado no teor de B nas diferentes camadas do perfil do solo

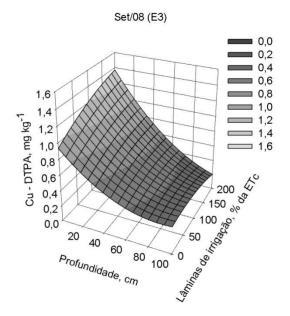
Houve correlação positiva entre as lâminas de irrigação e o teor de Cu disponível no solo. Camargo; Valadares e Dechen (1982) relataram que na maioria dos solos do Estado de São Paulo estudados, houve correlação negativa entre o pH e o teor de Cu extraído com DTPA. Este fato não foi observado neste estudo. Pelas figuras 3.4 e 3.10 nota-se que as duas variáveis dependentes, pH<sub>CaCl2</sub> e o Cu, tiveram correlação positiva com as lâminas de irrigação. Provavelmente, a adição de Cu via EET teve efeito predominante sobre a redução da disponibilidade de Cu ocasionada pelo pequeno aumento do pH<sub>CaCl2</sub>, de 5,9 para 6,4.

O EET possui considerável concentração de ácidos húmicos e fúlvicos (FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991). Conforme CAMARGO (1991), o ácido húmico liga-se mais fortemente que o fúlvico com o Cu<sup>2+</sup> e tem implicação importante na manutenção

deste elemento na forma solúvel no solo. E baixas concentrações na solução do solo o Cu<sup>2+</sup> será imobilizado pelos ácidos húmicos. Entretanto, conforme os lugares de ligação forte vão sendo saturados, uma quantidade maior de Cu será solubilizada pelos ácidos fúlvicos ou compostos mais simples (CAMARGO, 1991). Tal fato pode também ter influenciado no aumento de Cu disponível no solo observado com as lâminas crescentes de irrigação.

Considerando as lâminas de 0 e 100% da ETc na profundidade 20 cm, de acordo com o ajuste obtido (Figura 3.10), houve respectivamente, um aumento de 0,66 mg kg<sup>-1</sup> para 0,91 mg kg<sup>-1</sup> no teor de Cu no solo, ou seja 37%.

Independentemente das lâminas de irrigação aplicadas com EET, os teores de Cu-DTPA encontrados no solo são considerados baixos (< 2 mg kg<sup>-1</sup>) de acordo com os limites de interpretação (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005).



Cu = 9,19E-01 + 3,90E-03 x L - 1,44E-02 x P - 7,34E-06 x L² - 3,22E-05 x P x L + 8,77E-05 x P²

Figura 3.10 — Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado no teor de Cu disponível nas diferentes camadas do perfil do solo

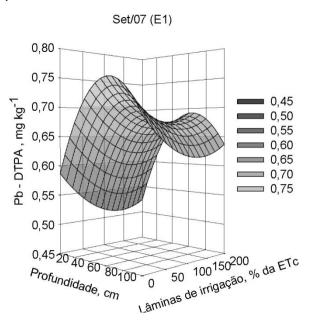
Na primeira época de avaliação, os teores de Pb-DTPA na superfície do solo diminuíram com as lâminas de irrigação com EET (Figura 3.11). Esta influência foi detectada para as demais camadas amostradas do perfil. Ainda, considerando-se a camada superficial do solo, conforme o modelo obtido, o ponto de menor concentração de Pb (dado p =  $20 e \frac{\partial Pb}{\partial L} = 0$ ) foi calculado no ponto 135% da ETc. Todavia,

ressalta-se que a redução de Pb disponível proporcionada foi da ordem de 0,5 mg kg<sup>-1</sup>, ou seja, muito pequena.

Para as lâminas de irrigação 0 e 100% da ETc, na profundidade 20 cm, os valores de Pb-DTPA encontrados foram de 0,67 mg kg<sup>-1</sup> e 0,60 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente, o que representa uma redução de 10% no teor de Pb disponível. As maiores concentrações deste elemento foram encontradas próximo às camadas 40-60 cm, provavelmente devido aos menores valores pH encontrado nesta camada e/ou devido a pequena adição de Pb devido a adubação fosfatada realizada no sulco de plantio.

A redução no teor de Pb-DTPA disponível deve estar relacionada com a adição de ânions e radicais orgânicos oriundos do EET. Conforme Feigin; Ravina e Shalhevet (1991), além de ânions como HCO<sub>3</sub> e PO<sub>3</sub>, capazes de se ligar aos metais livres, o EET fornece ligantes orgânicos como ácidos húmicos e fúlvicos.

É altamente aconselhável que estudos de longa duração sejam realizados no Brasil, com intuito de avaliar, não somente os teores disponíveis, como também os teores totais de metais pesados no solo.



 $Pb = 5.87E-01 - 1.10E-03 \times L + 5.14E-03 \times P + 3.95E-06 \times L^2 + 8.35E-07 \times P \times L - 4.18E-05 \times P^2$ 

Figura 3.11 – Influência das lâminas de irrigação efluente de esgoto tratado no teor de Pb disponível nas diferentes camadas do perfil do solo

#### 3.3.2.4 Sódio no solo

O teor de Na trocável analisado nas amostras de solo coletadas em setembro de 2008 foi superior nas camadas superficiais (0-40 cm) e elevou-se com as lâminas de irrigação (Figuras 3.12-A e B). Conforme a superfície de resposta obtida, a lâmina de 200% proporcionou a máxima concentração de Na trocável no solo, e comparado com o tratamento 0% da ETc, houve um aumento de aproximadamente 500% (Figura 3.12-A).

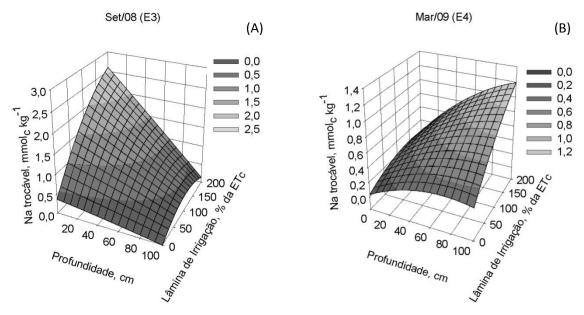
Dentre as principais preocupações da irrigação com EET está o aumento do teor de Na trocável no solo (TOZE, 2006). Os efeitos negativos do Na no solo estão principalmente ligados às modificações que este elemento provoca na estrutura do solo (SANTOS, 2004). Entretanto, em estudo simultâneo na mesma área experimental do presente trabalho, Silva (2009) revelou que a irrigação com EET, durante um ano, não modificou a porcentagem de argila dispersa em água. Isto pode indicar a ausência ou pouca influência das irrigação com EET na estrutura do solo.

Em março de 2009 observou-se um aumento de Na trocável no solo que foi proporcional às lâminas de irrigação com efluente de esgoto. Entretanto, este aumento ocorreu nas camadas sub-superficiais do solo (40-100 cm) (Figura 3.12-B), o que indica que este elemento foi lixiviado. Este fato deve-se, provavelmente, a dois fatores: (i) a menor retenção pelo Na no complexo de troca iônica, e; (ii) ao elevado índice pluviométrico, durante o verão, nos quatro meses que antecederam a amostragem de solo. Estes dois fatores serão melhor discutidos a seguir

- (i) A força de adsorção dos cátions no complexo de troca obedecem a seguinte ordem de preferência:  $AI^{3+} > Sr^{2+} > Ca^{2+} > Mg^{2+} > Cs^{2+} > K = NH_4^+ > Na^+ > Li^+$  (SPARKS, 1995; BRADY; WEIL, 2008). O Na está entre os últimos elementos da ordem, podendo assim ser facilmente substituído no complexo de troca. Ele é fracamente retido no complexo devido ao seu menor raio iônico hidratado (BRADY; WEIL, 2008).
- (ii) Em áreas afetadas por elevadas concentrações de sais, dentre eles o Na, a principal técnica de remediação está na lixiviação destes sais (ABROL, 1988). Esta técnica proporciona a remoção do excesso de Na da zona radicular. O excesso de Na

pode ser removido através de lâminas irrigação determinada com base na necessidade de lixiviação (FREIRE; FREIRE, 2007). Esta técnica é utilizada principalmente em regiões áridas com baixo índice pluviométrico. As chuvas concentradas nos meses de dez/08, jan/09 e fev/09 (Figura 3.3) provavelmente foram suficientes para lixiviar todo o Na acumulado, durante um ano de irrigação;

A lixiviação do excesso de Na no perfil do solo após chuvas concentradas no verão é favorável por reduzir ou eliminar os possíveis problemas de salinização e seus impactos no sistema solo-planta. Contudo, estudos de longo prazo são imprescindíveis para avaliar o possível impacto deste elemento no lençol freático e suas possíveis implicações.



(E3) Na = 3,23E-01 + 1,66E-02 x L - 6,64E-04 x P - 2,81E-05 x L  $^2$  - 1,02E-04 x P x L - 2,52E-05 x P $^2$  (E4) Na = 4,72E-02 + 2,58E-03 x L + 6,86E-03 x P - 8,87E-06 x L  $^2$  + 4,08E-05 x P x L - 4,08E-05 x P $^2$ 

Figura 3.12 – Influência das lâminas de irrigação no teor de Na trocável nas diferentes camadas do perfil do solo

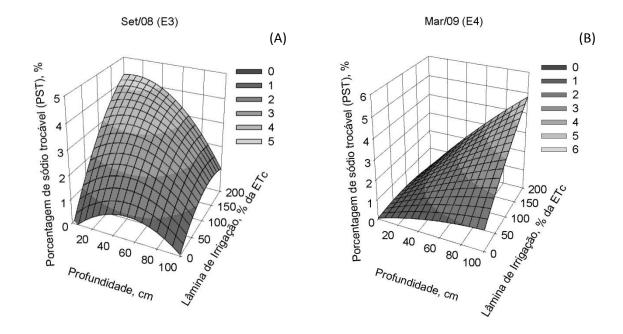
Uma das formas de avaliação dos efeitos do sódio na fertilidade do solo é feita pelo cálculo da porcentagem de Na trocável (PST) no solo, o que estima a proporção que este elemento ocupa no complexo de troca.

Considerando-se a amostragem de solo de setembro de 2008 (Figura 3.13-A), na camada superficial do solo (0-20 cm), houve correlação positiva entres as lâminas de irrigação e a PST, variando de 0% no tratamento controle (0% da ETc) até,

aproximadamente, 4,5% nas parcelas irrigadas com 200% da lâmina. De acordo com Richards (1954) são considerados sódicos os solos com valores de PST superiores a 15%. Isto mostra que mesmo na época de seca, época de maior volume de irrigação, e portanto de adição de Na no solo, os valores da PST esteve longe de 15%, ou seja, sem riscos de sodificação, mesmo na lâmina de irrigação 200%.

Em março de 2009, observou-se redução dos valores da PST na superfície do solo. Adicionalmente, os valores de PST aumentaram com as lâminas de irrigação e em profundidade (Figura 3.13-B) de forma muito semelhante ao observado para o Na trocável. A explicação para este fenômeno é a mesma daquela descrita para a diminuição de Na trocável no complexo de troca. A precipitação pluviométrica interferiu na concentração de Na trocável e na sua ocupação no complexo de troca do solo (PST), na camada superficial (0-20 cm), mantendo a concentração deste elemento próximas àquelas obtidas para p tratamento 0% da ETc.

No Brasil, diversos estudos relataram o aumento da concentração de Na trocável e, por consequencia, o aumento da PST após a irrigação com EET (FONSECA, 2005; FIRME, 2007; GLOAGUEN et al., 2007; LEAL, 2007; PAULA, 2008). Estes autores também constataram diminuição no teor de Na trocável no solo em função das chuvas de verão. Macino e Pepper (1992) enfatizaram que a precipitação pluviométrica é preponderante na irrigação com EET devido ao efeito da lixiviação.



(E3) PST =  $-1,65E-01 + 3,30E-02 \times L + 4,50E-02 \times P - 5,67E-05 \times L^2 - 1,66E-04 \times P \times L - 4,27E-04 \times P^2$ (E4) PST =  $4,62E-02 + 3,57E-03 \times L + 1,78E-02 \times P - 2,04E-05 \times L^2 + 1,93E-04 \times P \times L - 7,81E-05 \times P^2$ 

Figura 3.13 – Influência das lâminas de irrigação na porcentagem de sódio trocável nas diferentes camadas do perfil do solo
PST% = Na/(K+Ca+Mg+H+Al+Na)\*100

## 3.3.2.5 Saturação por bases

Houve influencia positiva das lâminas de irrigação na porcentagem de saturação por bases do solo amostrado em setembro de 2008 (Figura 3.14).

Conforme Quaggio; Dechen e Raij (1983), a correlação esperada entre a saturação por bases e o pH<sub>CaCl2</sub> para os solos do Estado de São Paulo pode ser descrita pela seguinte equação:

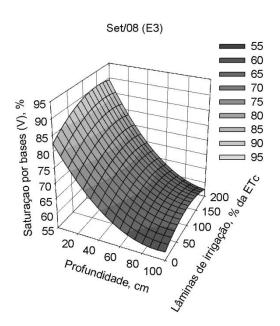
$$pH_{CaCl2} = 3,66 + 0,027 \times V\% \quad (R^2 = 0,97^{**})$$
 (6)

Substituindo-se a lâmina 100% da ETc na profundidade 20 cm, na equação de ajuste (Figura 3.14), obtem-se um valor de 79% para a saturação por bases. Substituindo-se este valor na equação (6) tem-se que o pH<sub>CaCl2</sub> corresponde a 5,8. Considerando-se este mesmo tratamentos (100% da ETc) e profundidade (20 cm), de acordo com a superfície de resposta entre as lâminas de irrigação sob pH (Figura 3.4), obtem-se o pH<sub>CaCl2</sub> igual a 5,5, ou seja, valor muito próximo ao 5,8 sugerido por

Quaggio; Dechen e Raij (1983). Isto mostra a coerência de relação entre os valores pH e os de saturação por bases avaliados neste estudo.

Para o tratamento controle (0% da ETc), na profundidade 20 cm, a saturação por bases foi de 73%. Este valor é bem próximo ao recomendado para os citros, 70% (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Como já calculado para lâmina de 100% da ETc, a saturação por bases foi de 79%, ou seja, 6% maior em relação ao tratamento controle.

O aumento da saturação por bases com as lâminas de irrigação observado devese principalmente a adição de Na no complexo de troca (Figura 3.13) que apresentou um a diferença de 4% na PST considerando-se as lâminas 0 e 200% da ETc.

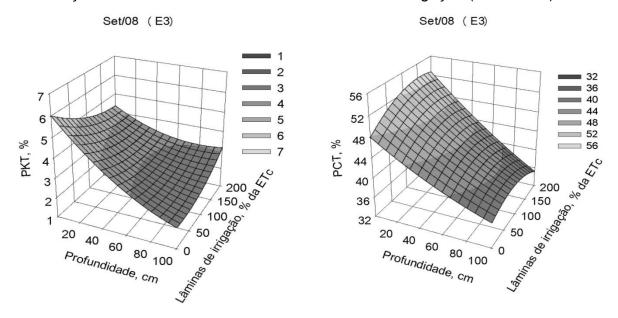


 $V = 8,27E+01 + 9,87E-02 \times L - 5,27E-01 \times P - 3,37E-04 \times L^2 - 3,19E-04 \times P \times L + 2,76E-03 \times P^2$ 

Figura 3.14 – Influência das lâminas de irrigação na porcentagem de saturação por bases (V%) nas diferentes camadas do perfil do solo

Também, em setembro de 2008, foi constatado relação negativa entre as lâminas de irrigação e a porcentagem de saturação por K. Esta tendência concorda com a redução de K trocável já discutida anteriormente. Mas, devido à pequena influência das lâminas de irrigação na porcentagem de K trocável (Figura 3.15-A), a diminuição de K do complexo de troca não foi suficiente para influenciar a saturação por bases, que foi crescente com as lâminas de irrigação (Figura 3.14).

Assim como para o Na, a porcentagem de saturação por Ca foi crescente com as lâminas de irrigação (Figura 3.15-B). Contudo, o aumento proporcional da porcentagem de cálcio trocável no solo com as lâminas de irrigação aplicadas não se explica pelo aumento de Ca trocável. Pois, em set/08, não houve aumento significativo da concentração de Ca trocável no solo com as lâminas de irrigação (Tabela 3.6).



PKT =  $6.01E+00 - 1.58E-02 \times L - 6.01E-02 \times P + 3.73E$   $05 \times L^2 + 1.38E-04 P \times L + 2.04E-04 \times P^2$ PCT =  $4.79E+01 + 6.81E-02 \times L - 1.46E-01 \times P - 2.21E-04 \times L + 3.60E-04 \times P^2$  $04 \times L^2 - 3.28E-04 P \times L + 3.60E-04 \times P^2$ 

Figura 3.15 – Influência das lâminas de irrigação na porcentagem de cálcio (PCT%) e potássio trocável (PKT%) nas diferentes camadas do perfil do solo

### 3.3.3 Nutrição da planta

Conforme as equações de ajuste obtidas (Tabela 3.7 e 3.8) das variáveis dependentes analisadas, houve influência significativa na concentração foliar de N, P, K, S, B, Cu, Fe, Mn, Zn e na abundância natural de <sup>15</sup>N. Os elementos Na, Al e Cr também sofreram alteração em função das lâminas de irrigação aplicadas. Carbono, <sup>13</sup>C, Ca, Mg e Pb não sofreram influência da lâminas de irrigação.

A maior parte das correlações significativas (P < 0.05 e P < 0.01) obtidas entre as variáveis foram lineares, e na segunda época de amostragem (mai/09). As concentrações de Ni e Cd ficaram abaixo do limite de detecção no tecido foliar (< 0.01 mg kg<sup>-1</sup>). As variações significativas serão discutidas a seguir.

Tabela 3.7 - Equações de ajuste de 1° grau em função da influência das lâminas de irrigação sobre as variáveis dependentes analisadas no tecido foliar. Dados da amostragem de folhas realizada em maio de 2008 e maio de 2009

	Maio d	de 2008		Maio de 2009				
-	Coeficientes do modelo		$R^2$		Coeficientes do modelo		$R^2$	
	Intercepto	Lâmina			Intercepto	Lâmina		
С	4,14E+01	3,30E-03	0,015 <sup>ns</sup>		4,37E+01	-6,00E-03	0,078 <sup>ns</sup>	
$\delta^{13} C$	-2,72E+01	1,90E-03	0,111 <sup>ns</sup>		-2,67E+01	-2,00E-03	0,080 <sup>ns</sup>	
Ν	2,97E+00	-2,00E-04	0,008 <sup>ns</sup>		2,75E+00	0,00E+00	0,001 <sup>ns</sup>	
$\delta^{15}N$	2,88E+00	9,40E-03	0,671**		2,51E+00	6,00E-03	0,556**	
Р	1,45E+03	1,61E+03	0,112 <sup>ns</sup>		1,47E+03	-3,21E+00	0,568*	
K	1,46E+04	-1,10E+01	0,334*		1,51E+03	-4,51E+00	0,112 <sup>ns</sup>	
Ca	3,47E+03	7,46E-01	0,001 <sup>ns</sup>		1,73E+04	7,88E+00	0,058 <sup>ns</sup>	
Mg	4,54E+03	-1,92E+00	0,161 <sup>ns</sup>		3,36E+03	-3,71E-01	0,015 <sup>ns</sup>	
S	3,62E+03	4,29E+03	0,285 <sup>ns</sup>		4,37E+03	1,80E+01	0,563*	
В	2,18E+02	-1,98E-02	0,005 <sup>ns</sup>		1,26E+02	2,05E-01	0,369*	
Cu	3,60E+00	-2,00E-03	0,110 <sup>ns</sup>		3,95E+00	-2,00E-03	0,194 <sup>ns</sup>	
Fe	1,37E+02	-3,12E-02	0,042 <sup>ns</sup>		8,58E+01	-2,60E-02	0,017 <sup>ns</sup>	
Mn	4,11E+01	-1,53E-02	0,015 <sup>ns</sup>		1,55E+02	-4,72E-01	0,380*	
Zn	1,94E+01	1,85E-02	0,410*		1,70E+01	-2,30E-02	0,642*	
Na	7,07E+01	-5,22E-02	0,001 <sup>ns</sup>		3,81E+01	3,82E-01	0,470*	
ΑI	3,14E+01	-2,00E-02	0,153 <sup>ns</sup>		1,72E+01	-3,20E-02	0,232*	
Cr	1,56E+00	-1,40E-03	0,345*		1,36E+00	-1,00E-03	0,377*	
Pb	5,10E-01	5,00E-04	0,006 <sup>ns</sup>		4,57E-01	1,00E-03	0,018 <sup>ns</sup>	

C e N expressos em porcentagem;  $\delta^{13}$ C e  $\delta^{15}$ N expressos em ‰; P, K, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Zn, Na, Al, Cr e Pb expressos em mg kg<sup>-1</sup>; ns - não significativo; \*, \*\* significativo pelo teste F a P < 0.05 e P < 0.01, respectivamente.

Tabela 3.8 - Equações de ajuste de 2° grau em função da influência das lâminas de irrigação sobre as variáveis dependentes analisadas no tecido foliar. Dados da amostragem de folhas realizada em maio de 2008 e maio de 2009

	Ma	aio de 2008			Maio de 2009			
-	Coeficientes do modelo			$R^2$	Coefi	Coeficientes do modelo		
	Intercept	lam	lam <sup>2</sup>		Intercept	lam	lam <sup>2</sup>	- R <sup>2</sup>
С	4,19E+01	-1,60E-02	1,00E-04	0,075 <sup>ns</sup>	4,31E+01	1,90E-02	-1,00E-04	0,233 <sup>ns</sup>
$\delta^{13}C$	-2,71E+01	-4,00E-03	3,00E-05	0,245 <sup>ns</sup>	-2,68E+01	1,00E-03	-2,00E-05	0,095 <sup>ns</sup>
Ν	3,06E+00	-2,00E-03	0,00E+00	0,335 <sup>ns</sup>	2,65E+01	4,00E-02	-2,00E-05	0,311*
$\delta^{15}N$	2,80E+00	1,30E-02	-2,00E-05	0,680 <sup>ns</sup>	2,36E+00	1,20E-02	-4,00E-05	0,659 <sup>ns</sup>
Р	1,61E+03	-7,60E+00	4,80E-02	0,494 <sup>ns</sup>	1,36E+03	1,54E+00	-2,49E-02	0,721 <sup>ns</sup>
K	1,46E+03	-1,42E+01	1,71E-02	0,338 <sup>ns</sup>	1,47E+04	1,36E+01	-9,49E-02	0,331 <sup>ns</sup>
Ca	3,48E+04	-3,31E+00	2,13E-02	0,003 <sup>ns</sup>	1,72E+04	1,41E+01	-3,25E-02	0,062 <sup>ns</sup>
Mg	4,42E+03	3,55E+00	-2,87E-02	0,321 <sup>ns</sup>	3,32E+03	1,61E+00	-1,04E-02	0,069 <sup>ns</sup>
S	3,67E+03	1,73E+00	1,30E-02	0,494 <sup>ns</sup>	4,82E+03	-1,77E+00	1,04E-01	0,646 <sup>ns</sup>
В	2,19E+02	-6,40E-02	2,30E-04	0,007 <sup>ns</sup>	1,33E+02	-1,20E-01	1,70E-03	0,482 <sup>ns</sup>
Cu	3,45E+00	4,00E-03	0,00E+00	0,213 <sup>ns</sup>	3,91E+00	0,00E+00	-1,00E-05	0,211 <sup>ns</sup>
Fe	1,42E+02	-2,65E-01	1,22E-03	0,332*	8,02E+01	2,26E-01	-1,32E-03	0,216 <sup>ns</sup>
Mn	4,16E+01	-3,70E-02	1,10E-04	0,019 <sup>ns</sup>	1,77E+02	-1,22E+00	3,00E-03	0,502 <sup>ns</sup>
Zn	1,95E+01	1,40E-02	2,00E-05	0,413 <sup>ns</sup>	1,65E+01	2,00E-03	-1,00E-04	$0,732^{ns}$
Na	7,59E+01	-2,82E-01	1,20E-03	0,034 <sup>ns</sup>	5,83E+01	-5,11E-01	4,68E-03	0,784 <sup>ns</sup>
Al	3,28E+01	-9,00E-02	3,00E-04	0,347 <sup>ns</sup>	1,81E+01	-7,10E-02	2,10E-04	0,277 <sup>ns</sup>
Cr	1,49E+00	2,00E-03	-2,00E-05	0,590 <sup>ns</sup>	1,33E+00	1,00E-03	-1,00E-05	0,519 <sup>ns</sup>
Pb	6,07E-01	-3,00E-03	2,00E-05	0,040 <sup>ns</sup>	4,27E-01	2,00E-03	-1,00E-05	0,029 <sup>ns</sup>

C e N expressos em porcentagem;  $\delta^{13}$ C e  $\delta^{15}$ N expressos em ‰; P, K, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Zn, Na, Al, Cr e Pb expressos em mg kg<sup>-1</sup>; ns - não significativo; \*, \*\* significativo pelo teste F a P < 0.05 e P < 0.01, respectivamente.

# 3.3.3.1 Nitrogênio, fósforo, potássio e enxofre foliar

Nas folhas amostradas em maio de 2009 observou-se um efeito quadrático significativo entre a concentração de N foliar ( $R^2 = 0.311^*$ ) e as lâminas de irrigação com EET (Figura 3.16). Pela derivação do polinômio obtido ( $\partial \hat{N} / \partial lam = 0$ ) a concentração máxima foi obtida exatamente na lâmina de irrigação 100% da ETc. A diferença de concentração de N foliar para as plantas irrigadas com as lâminas de 0 e 100% da ETc foi de 7,53%, ~ 2mg kg<sup>-1</sup> de N. As menores concentrações de N foliar foram observadas nas lâminas de irrigação 0 e 200% da ETc.

A menor concentração de N foliar para o tratamento 0% da ETc provavelmente é causa da ausência do nitrogênio adicionado no solo via EET. Já a redução de N foliar

nas plantas irrigadas com 200% da ETc pode ser consequência da lixiviação de nitrogênio ocasionada pela lâmina de irrigação excessiva.

As faixas de concentração de N foliar < 23 g kg<sup>-1</sup>, 23-27 g kg<sup>-1</sup>, > 30 g kg<sup>-1</sup> são consideradas respectivamente baixa, adequada e excessiva (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Independente das lâminas de irrigação, os teores de N nas folhas estavam dentro da faixa considerada adequada, mesmo com o fornecimento de 50% da dose de fertilizante nitrogenado recomenda, conforme descrito.

O aumento na concentração de N no tecido foliar ocasionado pelos três tratamentos intermediários confirma a capacidade do EET em fornecer N para as plantas. O N contido no EET (98% N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) foi fornecido em parcelas graduais durante os turnos de irrigação. Este fato deve contribuir com o aumento da eficiência de recuperação do N. Na adubação química convencional estima-se que do total do N aplicado apenas 48% é recuperado (FEIGENBAUM et al., 1987). Além disto, supõem-se que a irrigação por gotejamento, como utilizada neste estudo, pode elevar a eficiência de recuperação do N aplicado no solo (QUINONES et a., 2005).

Estudos prévios mostram que, o teor de N foliar de diversas culturas aumentaram após a irrigação com EET. Rusan e Hinnawi (2007) encontraram aumento de 1,1% de N no tecido foliar de uma forrageira irrigada com EET durante 11 anos. Em outro experimento com forrageiras, Fonseca (2005) relatou que a irrigação com EET pode economizar de 32 a 81% de nitrogênio mineral. Zekri e Koo (1994) encontraram um aumento significativo no teor de N foliar dos citros após irrigação com EET. Maurer e Davies, (1993) demonstraram que a irrigação com EET foi capaz de suprir 65% da necessidade de N na produção de pomelos.

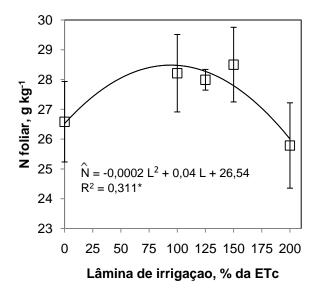


Figura 3.16 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de N foliar de laranjeira 'Valência'. \*Significativo (*P* < 0,05)

Houve aumento significativo na razão  $\delta^{15}N$  com as lâminas de irrigação. Para as duas épocas amostradas foram obtidos ajustes lineares positivos de  $\delta^{15}N$  com as lâminas de irrigação, sendo em maio de 2008 ( $\delta^{15}\widehat{N}=0.009\cdot L+2.87$ ,  $R^2=0.671^{**}$ ), e em maio de 2009 ( $\delta^{15}\widehat{N}=0.006\cdot L+2.749$ ,  $R^2=0.556^{**}$ ) (Figura 3.17). Comparandose o tratamento controle com a lâmina 100% da ETc houve um aumento de ~ 31% da relação  $\delta^{15}N$ .

Estudos anteriores também constataram aumentos no valor de  $\delta^{15}$ N após irrigação com EET. Nogueira (2008) encontrou um acréscimo de  $\delta^{15}$ N 2,5‰ em um solo irrigado com EET, fator responsável pelo enriquecimento isotópico em aproximadamente 2,0‰ no tecido foliar das plantas quando comparado com a testemunha. Este autor relata ainda que este tipo de fracionamento deve-se as maiores transformações químicas (imobilização e nitrificação) de N ocorridas no solo e que foram estimuladas pela irrigação com EET de acordo com (Nogueira, 2008). Processos de volatilização de  $NH_3^+$ , nitrificação e desnitrificação resultam no enriquecimento de  $^{15}$ N (JORDAN; NADELHOFFER; FRY, 1997).

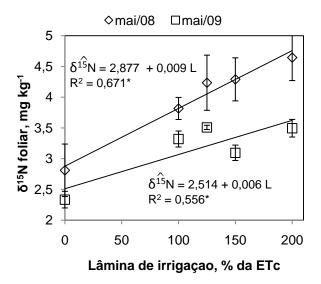


Figura 3.17 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na abundância natural de <sup>15</sup>N foliar de Iaranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

A concentração de P foliar nas plantas amostradas em maio de 2009 teve efeito linear negativo com as lâminas de irrigação (R<sup>2</sup> = 0,568\*) (Figura 3.18). Conforme o ajuste linear obtido houve uma redução de 1.466 mg kg<sup>-1</sup> para 1.145 mg kg<sup>-1</sup>, ou seja, 21,8%, na concentração de P entre os tratamentos 0 e 100% da ETc. Esta tendência evidencia os efeitos negativos das lâminas crescentes com EET na nutrição da planta.

Uma provável causa da diminuição na concentração de P no tecido foliar, de pode estar relacionada com a elevação do pH do solo que foi crescente com as lâminas de irrigação com EET, conforme discutido anteriormente. A disponibilidade do P às plantas tem estreita relação com o pH. A redução de um ponto no valor do pH da solução do solo pode aumentar aproximadamente dez vezes a concentração de P na solução do solo (RAIJ, 2004). O inverso também é verdadeiro, quando se observa a isoterma de solubilidade do P. De acordo com Raij (1991), a maior solubilidade de fósforo está em torno do pH<sub>CaCl2</sub> 6, no caso da existência simultânea de vários compostos de fósforo, o que acontece em solos. Neste estudo, foi observado um aumento de 5,9 para 6,4 no valor do pH. Os fosfatos de cálcio têm sua solubilidade reduzida com o aumento do pH (NOVAIS; SMYTH; NUNES 2007; HAYNES, 1982).

$$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2 \leftrightarrow 10Ca^{2+} + 6PO_4^{3-} + 2OH^-$$
 (7) (RAIJ, 1991)

De acordo com a reação 7, pode-se observar que quando há aumento de pH a reação desloca da direita para esquerda, favorecendo a formação da hidroxiapatita em detrimento da formação da espécie aniônica disponível às plantas.

Os padrões de interpretação para concentração de P foliar são respectivamente; deficiente (< 0,9 g kg $^{-1}$ ), baixo (0,9-1,1 g kg $^{-1}$ ), ótimo (1,2-1,6 g kg $^{-1}$ ), alto (1,7-3,0 g kg $^{-1}$ ) (OBREZA; MORGAN, 2008). Conforme ajuste linear obtido (R $^2$  = 0,568\*) para os tratamentos 0 e 100% da ETc aplicados, as concentrações de P foliar foram consideradas ótima e baixa, respectivamente.

Estudos de longa duração envolvendo a irrigação com a lâmina de irrigação normal com EET em citros não demonstraram influência na concentração de P foliar (MORGAN et al., 2008 e Capitulo 4).

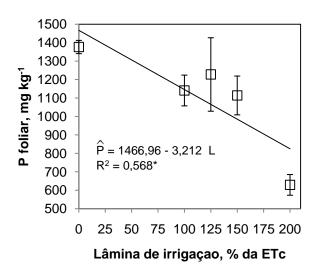


Figura 3.18 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de P foliar de Iaranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

A concentração de K nas folhas amostradas em maio de 2008 foi inversamente proporcional às lâminas de irrigação aplicadas no solo conforme observado pelo ajuste linear estimado ( $\hat{K} = 14553 - 10,974 \cdot L$ ,  $R^2 = 0,334^*$ ) (Figura 3.19). Considerando-se as lâminas 0 e 100% da ETc houve uma redução de 7,5%. Esta redução deve-se provavelmente a: (i) ao decréscimo do teor de K disponível no solo (Figura 3.8) já discutido; (ii) a relação inversa do K com o N. Sabe-se que o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> tende a diminuir a concentração de K na planta devido a competição na absorção (MALAVOLTA, 2006).

Vale lembrar que mais de 98% do N fornecido pelo EET está na forma amoniacal como já discutido; iii) sob altas concentrações o Na inibe a absorção passiva de K que se dá através dos canais protéicos (MALAVOLTA, 2006). O paralelismo ou correspondência entre K e Na também já foi fundamentado. De forma geral, o K tem sua maior contribuição para o potencial osmótico da célula, entre 66 e 90%. Entrentanto, neste processo em particular, não há nenhuma exigência absoluta deste elemento visto que o compartimento vacuolar contém diversos outros solutos como açúcares, aminoácidos e sais de Na. Em função disto supõem-se o Na substitua a função biofísica do K (MALAVOLTA, 2006).

Diminuição nos teores de K trocável do solo e na planta, após a irrigação com EET, foi descrita em trabalho conduzido por Leal et al. (2009b). Conforme capítulo 4 houve uma redução de 19% na concentração de K no tecido foliar de pomeleiros, após 11 anos de irrigação com EET. Entretanto, a concentração de K nas folhas encontravase dentro do limite ótimo (12–17 g kg<sup>-1</sup>) (OBREZA; MORGAN, 2008). No presente estudo, independentemente das lâminas de irrigação com EET, a concentração de K nas folhas mantive-se dentro do limite considerado ótimo conforme Obreza e Morgan (2008) e adequado conforme Malavolta; Violante e Netto (1989). Isto mostra que a irrigação com EET reduz os teores de K nas folhas, entretanto, sem causar prejuízo ao estado nutricional da planta.

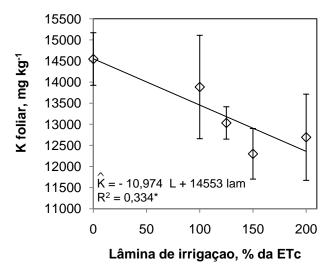


Figura 3.19 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de K foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

Em maio de 2009 houve aumento na concentração de S no tecido foliar das laranjeiras, sendo este proporcional às lâminas de irrigação com EET ( $\hat{S} = 4370 + 17,97 \cdot L$ ,  $R^2 = 0,563^*$ ) (Figura 3.20). Conforme já discutido, a adição anual de  $SO_4^{2^*}$ -S pelo EET para os tratamentos 100, 125, 150 e 200% da ETc foi de 61, 77, 92 e 123 g planta<sup>-1</sup>. O fornecimento deste elemento em pequenas doses, via irrigação, aplicadas ao longo do ano, contribuiu para o aumento de seu teor no solo e, consequentemente, na sua absorção pelas plantas.

Concentrações de 2-4, 4-6 e > 6 g kg<sup>-1</sup> de S no tecido foliar dos citros são consideradas como adequada, alta e excessiva, respectivamente (MALAVOLTA; VIOLANTE NETTO, 1989). Assim, considerando a última amostragem de folhas, realizada em maio de 2009, verifica-se que as concentrações de S foliar para os tratamentos 0 e 100% estão na faixa de interpretação considerada alta (Figura 3.20). Entretanto, para as lâminas excessivas 125, 150 e 200% da ETc a concentração de S no tecido foi classificada como excessiva. Isto reforça o efeito negativo das lâminas de irrigação excedentes (> 100% da ETc) com EET em conjunto com as reduções no teores de P e K foliar já discutidos.

Substituindo-se os valores 0 e 100% da ETc no ajuste linear obtido (Figura 3.20) obtem-se concentrações de 4370 mg kg<sup>-1</sup> e 6167 mg kg<sup>-1</sup>, de S no tecido foliar, respectivamente. Isto representa um acréscimo de 41% na concentração de S no tecido foliar comparando-se a irrigação 100% da ETc com o controle (0%).

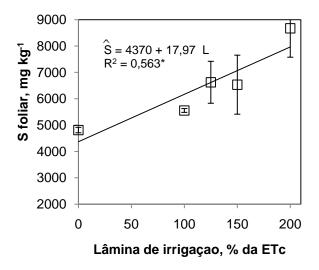


Figura 3.20 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de S foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

### 3.3.3.2 Boro, ferro, manganês e zinco foliar

Mesmo com uma pequena adição de B no solo, as lâminas de irrigação com EET aplicadas tiveram efeito linear positivo sobre a concentração de B foliar (R² = 0,369\*). De acordo com o modelo obtido a diferença do teor de B foliar para os tratamentos 0 e 100% da ETc foi de 16% (Figura 3.21). Os resultados obtidos corroboram com estudos prévios que encontraram aumento significativo na concentração de B no tecido foliar de citros irrigados com EET (EL-GAMAL; ABDEL-SHAFY, 1991; REBOLL et al., 2000; MORGAN et al., 2008).

Conforme estimado para planta adulta, o EET é capaz de fornecer 80% do total de B recomendado. Além disso, 99% deste elemento adicionado encontra-se na forma disponível às plantas (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) conforme constatado na especiação iônica do EET (Tabela 3.3).

Independente das lâminas de irrigação, todas as amostra analisadas neste período estavam dentro do limite alto (101-200 mg kg<sup>-1</sup>), mas abaixo do excessivo (> 200 mg kg<sup>-1</sup>) para concentração de B no tecido foliar (OBREZA; MORGAN, 2008). A adição de B no solo e, conseqüente, aumento deste elemento nas folhas de laranja, é um fato bastante positivo para irrigação da cultura da laranja com EET. No Brasil, o B se encontra entre os micronutrientes que mais limitam à produção de citros devido aos

baixos teores no material de origem, pela adsorção específica que ocorre com a matriz de solos cultivados (MATTOS JR; BATAGLIA; QUAGGIO, 2005) e/ou pela facilidade com que este elemento lixivia no solo. Sendo assim, o EET pode ser fonte efetiva total/parcial de B para laranjeiras.

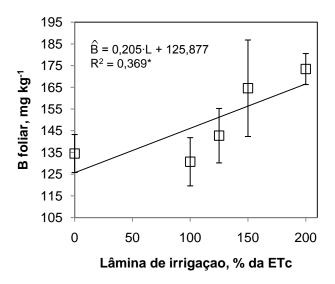


Figura 3.21 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de B nas folhas de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

Em maio de 2008, o efeito das lâminas de irrigação com EET na concentração de Fe foliar foi quadrático ( $R^2 = 0.332^*$ ) (Figura 3.22). A mínima concentração foi encontrada na lâmina de irrigação 130% da ETc de acordo com a derivação do polinômio obtido ( $\partial \widehat{Fe}/\partial l$ am = 0), voltando a aumentar até o tratamento 200% da ETc. Este fenômeno provavelmente deve-se a complexação do Fe<sup>2+</sup> em espécies iônicas na solução do solo como Fe-DOM e Fe(OH)<sup>2+</sup>, o que consequentemente reduz a disponibilidade e absorção deste elemento pelas plantas. Conforme Bataglia (1991) a deficiência de Fe nas plantas pode estar relacionada com o pH elevado e altos níveis de HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> na rizosfera. Camargo (1991) confirma que o aumento do pH a níveis perto de 6,0-7,0 diminuem sensivelmente a quantidade de Fe<sup>2+</sup> solúvel, quando comparado com solos mais ácidos. Recorda-se que neste estudo foram constatados o aumento da concentração de HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> e do pH as lâminas de irrigação com EET (Tabela 3.5 e Figura 3.4).

Considerando-se os tratamentos de 0% e 100% da ETc as concentrações de Fe no tecido foliar foram respectivamente de 141 e 125 mg kg<sup>-1</sup>, o que representa uma redução de 11%. A faixa geral para a concentração de Fe em culturas agrícolas é de 20-600 mg kg<sup>-1</sup> (EPSTEIN; BLOOM, 2005). Para os citros, a concentração foliar de Fe observada para este período é considerada alta (121-200 mg kg<sup>-1</sup>), mas abaixo da tóxica (> 200 mg kg<sup>-1</sup>) conforme os padrões de interpretação (OBREZA; MORGAN, 2008). A pequena diminuição de Fe observada no tecido foliar não foi suficiente para modificar o limite de interpretação que foi considerado alto. Além disto, esta diminuição não é preocupante pois, a concentração de Fe em solos tropicais é bastante elevada devido aos parâmetros físico-químicos envolvidos nos processos genéticos atuantes.

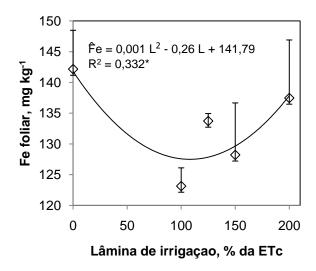


Figura 3.22 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Fe foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

Em maio de 2009, houve efeito linear negativo das lâminas de irrigação com EET sobre a concentração de Mn foliar ( $R^2 = 0.380^*$ ) (Figura 3.23). Comparando-se os tratamentos 0 e 100% da ETc, com base no ajuste calculado a diferença na concentração de Mn foliar foi de 30%.

Conforme valores de interpretação de teores de Mn nas folhas de citros as faixas são: baixa (18-24 mg kg<sup>-1</sup>), adequada (25-49 mg kg<sup>-1</sup>), alta (50-500 mg kg<sup>-1</sup>) e excessiva (> 500 mg kg<sup>-1</sup>) (MALAVOLTA; VIOLANTE NETTO, 1989). Assim, todas as concentrações de Mn no tecido foliar observadas após a irrigação com EET estão dentro da faixa considerada alta. Portanto, a irrigação com EET pode contribuir com a

nutrição da planta por diminuir os teores de Mn foliar a níveis mais próximos ao adequado e mantendo-o longe da faixa tóxica.

A diminuição na concentração de Mn foliar provavelmente é consequência do aumento de pH (5,9 para 6,4) do solo ocasionado pela irrigação com EET. Em solos arejados a redução da concentração de Mn<sup>2+</sup> decresce cerca de 100 vezes para cada unidade de aumento do valor de pH devido ao aumento das formas precipitadas, hidróxidos menos solúveis, e da alta estabilidade dos complexos com a matéria orgânica (BORKERT, 1991; MALAVOLTA, 2006).

Estudos anteriores constataram o decréscimo de Mn disponível às plantas em função da alcalinização do solo devido a irrigação com EET (FALKINER; SMITH, 1997; MOHAMMAD; MAZAHREH, 2003; FIRME, 2007). Nas devidas proporções, a diminuição de Mn no tecido foliar após a irrigação com EET, assim como observada para AI, é favorável. A toxidez de Mn é quase sempre um dos grandes problemas dos solos ácidos (MALAVOLTA, 2006).

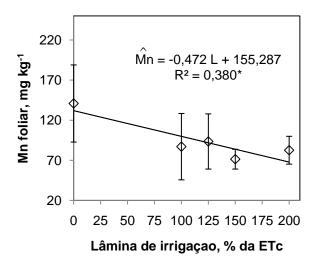


Figura 3.23 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Mn foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

Em maio de 2008, houve um efeito linear positivo das lâminas de irrigação com EET na concentração de Zn foliar (R<sup>2</sup> = 0,410\*\*) (Figura 3.24). Nesta época, a concentração de Zn encontrada no tecido foliar foi considerada baixa para todas as lâminas de irrigação estudadas (< 34 mg kg<sup>-1</sup>) (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA,

2005). O maior valor de Zn foliar foi para a lâmina 200% da ETc (23 mg kg<sup>-1</sup>), próximo ao nível ótimo (35-50 mg kg<sup>-1</sup>) (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Isto demonstra que o EET aumenta os teores de Zn no solo e, consequentemente, a disponibilidade deste nutriente nas plantas.

Este fato é relevante para culturas agrícolas, pois a deficiência de Zn em solos tropicais é bastante comum (VLEK, 1985). No Brasil, o Zn é um dos micronutrientes mais limitantes à produção de citros devido aos baixos teores no solo decorrentes do material de origem, além da adsorção específica que ocorre com a matriz de solos cultivados (MATTOS JR; BATAGLIA; QUAGGIO, 2005).

Por outro lado, em maio de 2009 houve efeito linear negativo das lâminas de irrigação no teor de Zn foliar (R² = 0,642\*), além da concentração deste elemento ter sido considerada baixa em todos os tratamentos (Figura 3.24). A disponibilidade de Zn às plantas é altamente dependente do pH. O aumento em uma unidade do pH pode diminuir 100 vezes a concentração de Zn no solo. A pH 5,0 a concentração de Zn em solução é de aproximadamente 10<sup>-4</sup> M (6,5 mg L<sup>-1</sup>) já em pH 8,0, 10<sup>-1</sup> M (0,007 mg L<sup>-1</sup>) (SOUZA e FERREIRA, 1991). Os efeitos mais pronunciados da deficiência de Zn foram encontrados nas plantas irrigadas com 150 e 200% da ETc. Assim, lâminas excessivas com EET potencializaram a deficiência de Zn nas plantas.

Embora tenha ocorrido uma diminuição no teor de Zn foliar, em maio de 2009, estudos de longa duração revelam aumentos significativos deste elemento no tecido foliar de plantas irrigadas com EET (EL-GAMAL; ABDEL-SHAFY, 1991; capítulo 5).

Assim, neste estudo, os dados obtidos não são conclusivos quanto a influência da irrigação com EET sobre o Zn foliar.

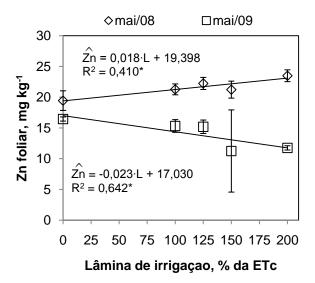


Figura 3.24 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Zn foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

#### 3.3.3.3 Alumínio, cromo e sódio foliar

Houve diminuição no teor de Al nas plantas com o aumento das lâminas de irrigação com EET (R<sup>2</sup> = 0,232\*) (Figura 3.25). De maneira geral, a concentração de Al foliar das plantas sem irrigação foi superior àquelas obtidas pelas plantas irrigadas com EET (100, 125, 150 e 200% da ETc). Para as amostras de folhas coletadas em maio de 2009, a concentração de Al foliar das plantas irrigadas para o tratamento 0% da ETc foi de 17 mg kg<sup>-1</sup>, e para as plantas irrigadas com 100% da ETc foi de 13 mg kg<sup>-1</sup>, havendo uma redução de 23% na concentração do Al foliar (Figura 3.25).

Independentemente das lâminas de irrigação com EET, as amostras foliares apresentaram concentrações de Al inferiores a faixa de 50 a 400 mg kg<sup>-1</sup>, encontrada na maioria das plantas (BERGAMANN, 1992).

Estudos recentes realizados no Brasil demonstraram diminuição de Al<sup>3+</sup> no complexo de troca após irrigação com EET (GLOAGUEN et al., 2007). Tal efeito pode ter ocorrido devido ao aumento da espécie iônica insolúveis AlHPO<sub>4</sub><sup>+</sup> e Al(OH)<sup>3</sup> na solução do solo. Estes resultados enfatizam muito os benefícios da irrigação com EET em solos tropicais, altamente intemperizados, os quais frequentemente apresentam problemas relacionados à toxidez de Al. A maior parte dos pomares cultivados no Brasil está sobre solos naturalmente ácidos devido ao tipo de material de origem pobre em

cátions básicos, o que faz com que a acidez seja reconhecida como um dos principais fatores da baixa produtividade das culturas (QUAGGIO; MATTOS JR; CANTARELLA, 2005). Elevadas concentrações de Al disponíveis às plantas, geralmente, ocasionam engrossamento e redução das raízes, reduzindo a capacidade de absorção de água, nutrientes, limitando com isto o desenvolvimento e a produção. Além disto, o Al interfere na divisão celular, reduz a disponibilidade de P e diminui a respiração das raízes, aumentando a rigidez das paredes celulares (ROUT; SAMANTARAY; DAS, 2001).

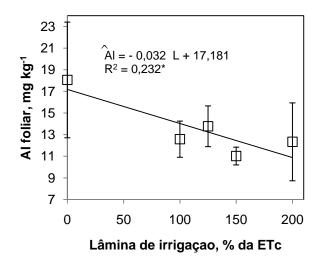


Figura 3.25 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Al foliar de laranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

As lâminas de irrigação com EET influenciaram negativamente a concentração de Cr no tecido foliar nas duas épocas avaliadas (R² = 0,345\*; R² = 0,377\*) (Figura 3.26). A menor concentração de Cr observada foi para as plantas irrigadas com a lâmina 200% da ETc. Conforme os ajustes lineares obtidos para as lâminas 0 e 100% da ETc houve uma redução de 6,4% e 7,3% no teor de Cr para as amostragens realizadas em maio de 2008 e maio de 2009, respectivamente. Esta redução deve-se provavelmente à diminuição dos valores de Cr livre na solução do solo, pela formação de complexos orgânicos ou formas iônicas pouco disponíveis às plantas. Radicais orgânicos, como ácidos húmicos, fúlvicos, bem como carbonatos presentes no EET, provavelmente complexam as formas livres de Cr transformando-as em espécies iônicas pouco disponíveis às plantas, reduzindo sua absorção e concentração no tecido

foliar. As substâncias húmicas nos solos representam um reservatório eficiente de doação de elétrons para redução do Cr (WITTBROD; PALMER, 1996).

Wittbrod e Palmer (1996) discutem que a redução do Cr para formas menos tóxicas é extremamente dependente do pH do solo e da concentração de ácidos húmicos presentes no solo. As formas mais comuns encontradas no solo são Cr³+ e Cr⁶+, sendo as formas mais oxidáveis, as mais móveis. Entre os valore de pH de 5,5 e de 7,5 a concentração de ambas as espécies em solução diminuem drasticamente (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). O pH do solo em estudo permaneceu dentro desta faixa.

Embora constatada a influencia linear negativa das lâminas de irrigação na concentração de Cr foliar, ressalta-se, que nas duas épocas de avaliação esta redução foi da ordem de < 0,5 mg kg<sup>-1</sup>, ou seja, foi muito pequena.

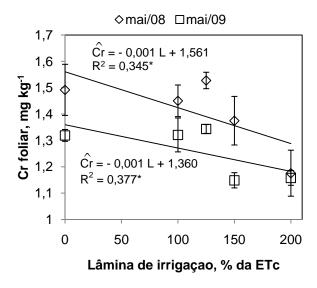


Figura 3.26 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Cr foliar de Iaranjeira 'Valência'; \*Significativo (*P* < 0,05)

Na amostragem de folhas realizada em maio de 2009, constatou-se efeito linear positivo entre as lâminas de irrigação com EET e a concentração de Na no tecido foliar (Figura 3.27). Considerando o ajuste obtido quando comparados os tratamento controle (0%) e a lâmina de irrigação 100% da ETc houve um aumento de aproximadamente 100% no teor de Na foliar.

O aumento de Na em decorrência da irrigação com EET já foi exaustivamente estudado e discutido em estudos prévios para diversas culturas agrícolas (FONSECA, 2005; FIRME, 2007; GLOAGUEN et al., 2007; LEAL; 2007; PAULA, 2008). Entretanto, ressalta-se que em regiões com elevado índice pluviométrico, e quando o EET com baixas concentrações de Na, como no caso deste estudo, os aumento de Na no solo e na planta parecem não causar impacto tão relevante. Níveis elevados de Na no tecido foliar de laranjeiras estão na faixa de 1,5-2,5 g kg<sup>-1</sup> e excessivo > 2,5 g kg<sup>-1</sup> (OBREZA; MORGAN, 2008). Neste estudo as concentrações foliares de Na estão muito abaixo destes limites. O valor mais elevado de Na, 142 mg kg<sup>-1</sup>, foi observado para o tratamento 200% da ETc. Num estudo simultâneo, realizado na Flórida (EUA) (capítulo 4), após 11 anos de irrigação com EET em citros a concentração de Na foliar encontrada foi de 432 mg kg<sup>-1</sup>, valor ainda assim bem distante da faixas consideradas alta ou excessiva.

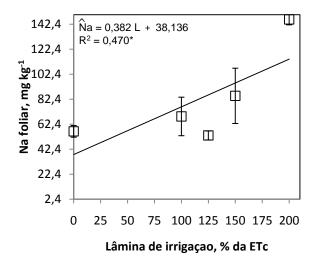


Figura 3.27 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na concentração de Na foliar de Iaranjeira 'Valência'; \*Significativo (P < 0.05)

## 3.3.4 Altura e diâmetro das plantas

De forma geral, nas duas primeiras épocas de avaliação (dez/07 e mar/08), após nove meses de irrigação com EET, houve relação linear positiva das lâminas de irrigação com EET sobre a altura (Figura 3.28). Contudo, após quatorze meses de irrigação com EET (dez/08), de acordo com o modelo quadrático obtido, houve um

sensível decréscimo na altura das plantas irrigadas com lâminas excessivas de irrigação (> 100% da ETc). Não houve influência significativa das lâminas de irrigação em jun/08 na altura e diâmetro das plantas, provavelmente, devido às menores temperaturas registradas nesta época (Figura 3.3). Durante o outono e o inverno, os citros apresentam-se em repouso vegetativo (MEDINA et al., 2005).

Derivando-se o polinômio obtido em dez/08 e mar/09 para a altura (Figura 3.28), os pontos de máxima ( $\partial \widehat{alt}/\partial L = 0$ ) foram obtidos para lâmina de 109% e 93% da ETc, respectivamente. Em mar/09, considerando-se os tratamentos 0 e 100% da ETc, a altura média das plantas foi de 165 cm e 169 cm, respectivamente, o que representa uma pequena diferença de 2% no crescimento (Figura 3.28).

Quanto ao diâmetro, nas três épocas, dez/07, mar/08 e dez/08, observou-se relação linear positiva com as lâminas de irrigação (P < 0.01) (Figura 3.29). Contudo, em mar/09 houve efeito quadrático (P < 0.05) das lâminas de irrigação sobre o diâmetro das plantas.

Diante dos resultados obtidos, de maneira geral, nota-se que há tendência linear positiva entre as lâminas de irrigação e as variáveis de crescimento até os 9 meses (jun/09) de irrigação. Todavia, após 21 meses (mar/09), observa-se um decréscimo destas variáveis para as lâminas excedentes, conforme observados pelos ajustes polinomiais desta época (Figura 3.28 e 3.29).

Alguns motivos devem ter contribuído conjuntamente para redução da altura e do diâmetro das plantas. As lâminas excedentes de irrigação podem causar a diminuição da oxigenação do solo, e o aumento de incidência de organismos fitopatogênicos que prejudicam a absorção de nutrientes e o desenvolvimento das plantas. A maior preocupação sobre a aplicação de lâminas excessivas de irrigação com EET era a possibilidade da criação de condições anaeróbicas no solo e morte das raízes dos citros. Conforme Davies e Maures (1993), os citros são bastante sensíveis ao encharcamento do solo. Além disto, foi observada a diminuição na concentração de N, P e K foliar com as lâminas de irrigação excessivas. De acordo com Malavolta (2006); Taiz e Zeiger (2004) o N é o maior responsável pela formação da vegetação e crescimento vegetal.

Maurer; Davies e Graetz (1995) testaram três lâminas de irrigação, 1100, 1500 e 1850 mm ano<sup>-1</sup>, com EET aplicadas em um solo de textura arenosa. Eles observaram que após dois anos, as plantas irrigadas com a lâmina intermediária (1500 mm) apresentaram maiores diâmetros do caule. Por outro lado Parsons, Wheaton e Castle (2001) observaram que o crescimento da copa e o diâmetro do tronco das laranjeiras foram proporcionais ao aumento das lâminas de irrigação com EET. Mesmo com a lâmina excessivas de irrigação, de 2500 mm, não houve redução do diâmetro da copa e do tronco, bem como a produtividade das variedades 'Hamlin' e 'Orlando'. Conforme estes autores isto está relacionado com a boa drenagem do solo de textura arenosa com capacidade de retenção de água muito baixa e ainda a ausência das condições anaeróbias na rizosfera.

```
a\hat{t} = -0,0004 \times L^2 + 0,0751 \times L + 165,98;
■ mar/09
                                                                          R^2 = 0.354^*
                    a\hat{l}t = -0.0012 \times L^2 + 0.2631 \times L + 142.34;
              pri
                                                                           R^2 = 0.706^*
△ dez/08
                    a\hat{l}t = 0.0191 \times L + 123.68:
▼ jun/08
             out
                    a\hat{l}t = 0.0571 \times L + 107.27;
                                                        R^2 = 0.539^*
mar/08
             ver
                    a\hat{t} = 0.0465 \times L + 89.288; R^2 = 0.441**
dez/07
              pri
```

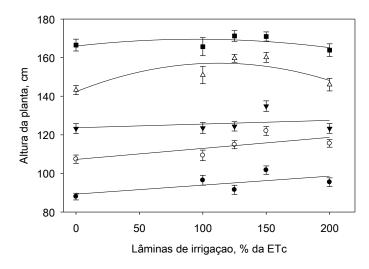


Figura 3.28 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na altura de laranjeira 'Valência'; \*, \*\*, significativo a P < 0,05 e P < 0,01, respectivamente; ns – não significativo

```
\hat{dia} = -0.0003 \times L^2 + 0.0719 \times L + 46.370:
■ mar/09
            ver
                                                                           R^2 = 0.664^*
                     \hat{dia} = 0.0211 \times L + 37.1540;
                                                          R^2 = 0.410**
△dez/08
             pri
                     \hat{dia} = 0.0154 \times L + 27.7410;
                                                           R^2 = 0.660^{NS}
yjun/08
             out
                                                            R^2 = 0.616**
                     \hat{dia} = 0.0226 \times L + 23.3990;
o mar/08
            ver
                                                           R^2 = 0.913**
dez/07
             pri
                     \hat{dia} = 0.0145 \times L + 15.6060;
```

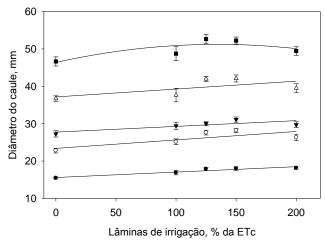


Figura 3.29 – Influência das lâminas de irrigação com efluente de esgoto tratado na diâmetro do tronco de laranjeira 'Valência'; \*, \*\* significativo a P < 0,05 e P < 0,01, respectivamente; ns – não significativo

#### 3.4 Conclusões

O EET utilizado neste estudo apresenta condições químicas satisfatórias para o uso agrícola. Além disto, adiciona quantidades significativas de nutrientes no solo, reduz sua acidez ativa e potencial, bem com sua saturação por alumínio. Os riscos de salinização do solo e acúmulo de metais no sistema solo-planta são mínimos.

A maior parte dos nutrientes contidos pelo EET encontra-se na forma disponível às plantas, como NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, Cl<sup>-</sup>, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> e Zn<sup>2+</sup>.

A irrigação de laranjeira 'Valência' com EET aumenta a concentração de N foliar. Mesmo fornecendo 50% da adubação nitrogenada recomendada, a irrigação com EET manteve as concentrações de N foliar da laranjeira dentro da concentração adequada.

As lâminas excessivas de irrigação (> 100% ETc) com EET diminuiem a concentração de P e K foliar além de aumentar excessivamente a concentração de S.

A disposição de EET no solo contempla a economia de água e fertilizantes além de prevenir o lançamento do EET nos corpos hídricos. Contudo, visando o equilíbrio da fertilidade do solo, da nutrição e desenvolvimento da planta, recomenda-se a lâmina de irrigação de 100% da ETc.

#### Referências

ABECITRUS. **Citricultura brasileira:** um exemplo de capacidade e eficiência: informativo de 21 nov. 2005. Disponível em: http://www.abecitrus.com.br/informa.html. Acesso em: 20 Fev. 2006.

ABREU, M.F.; ABREU, C.A.; ANDRADE, J.C. Determinação de boro em água quente, usando aquecimento com microonda. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade em solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2001. p. 231-239.

ABREU, C.A.; LOPES, A.S.; SANTOS, G. Micronutrientes. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ, V.H., BARROS, N.F. (Ed.). **Fertilidade do solo**, Viçosa: SBCS, 2007. p. 645-736.

ABROL, I.P.; YADAV, J.S.P.; MASSOUD, F.I. **Salt-affected soils and their management**. Rome:FAO, 1988. 131p. (FAO. Soils Bulletin, 39).

AL-NAKSHABANDI, G.A.; SAQQAR, M.M.; SHATANAWI, M.R.; FAYYAD, M.; AL-HORANI, H. Some environmental problems associated with the use of treated wastewater for irrigation in Jordan. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 34, n.1, p. 81-94, 1997.

ALVAREZ, V.H.; ROSCOE, R.; KURIHARA, C.H.; PEREIRA, N.F. Enxofre. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ, V.H., BARROS, N.F. et al. (Ed.). **Fertilidade do solo,** Viçosa: SBCS, 2007. p. 595-644.

ASANO, T.; SMITH, R.G.; TCHBANOGLOUS, G. Municipal wastewater: treatment and reclaimed water characteristics. In: PETTYGROVE, G.S.; ASANO, T. (Ed.). **Irrigation with reclaimed municipal wastewater – a guidance manual**. London: Lewis, 1985. p. 2.1-2.26

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **Água - Determinação de alcalinidade - Métodos potenciométrico e titulométrico.** ABNT/ NBR 13736, 1996. 4 p.

AZEVEDO, L.P.; OLIVEIRA, E.L. Efeitos da aplicação de efluente de tratamento de esgoto na fertilidade do solo e produtividade de pepino sob irrigação subsuperficial. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 25, n. 1, p. 253-263, 2005.

BARTON, L.; SCHIPPER, L.A.; BARKLE, G.F.; MCLEOD, M.; SPEIR, T.W.; TAYLOR, M.D.; MCGILL, A.C.; VAN SCHAIK, A.P.; FITZGERALD, N.B.; PANDEY, S.P. Land application of domestic effluent onto four soil types: plant uptake and nutrient leaching. **Journal of Environmental Quality**, Madison, v. 34, p. 635-643, 2005.

BASTOS, R.K.X. **Utilização de esgotos tratados em fertirrigação, hidroponia e pscicultura**. Rio de Janeiro: ABES - FINEP, 2003. 267 p.

BATAGLIA, O.C. Ferro. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P. (Ed.). **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Potafos/CNPq, 1991. p.159-171.

BERGMANN, W. **Nutritional disorders of plants:** development, visual and analytical diagnosis. New York: Gustave Fisher Verlag, 1992. 741 p.

BOMAN, B; OBREZA, T. Fertigation and nutrients management. In: BOMAN, B.J. (Ed). **Water and Florida citrus**, Gainesville: University of Florida, 2002. P. 415-427.

BOMAN, B; PARSONS, L.; OBREZA, T.; STOVER, ED. Citrus water use and irrigation scheduling. In: BOMAN, B.J. (Ed). **Water and florida Citrus**, Gainesville: University of Florida, 2002. P. 175-191.

BORKERT, C.M. Manganês. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P. (Ed.). **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba: Potafos/CNPq, 1991. p.173-189.

BOTEON, M.; NEVES E.M. Citricultura brasileira: aspectos econômicos. In: MATTOS Jr. et al (Ed.). **Citros.** Campinas: Instituto Agronômico e Fundag, 2005. p. 21-36.

BOWER, H.; CHANEY, R.L. Land treatment of wastewater. **Advances in Agronomy**, San Diego, v. 26, p.133-176, 1974.

BRADY, N.C.; WEIL, R.R. **The Nature and Properties of Soils**. 13 ed. Columbus: Prentice Hall, 2008. 965 p.

BRAILE, P.M.; CAVALCANTI, J.E.W.A. **Manual de tratamento de águas residuárias** industriais. São Paulo: CETESB, 1979. 764p.

BRALTS, V.F.; KESNER, C.D. Drip irrigation field uniformity estimation. **Transactions of the ASAE**, St Joseph, v. 24, n. 5, p. 1369-1374, 1983.

CAI; Q.Y.; MO, C.H.; WU, Q.T.; ZENG, Q.Y.; KATSOYIANNIS, A. Concentration and speciation of heavy metals in six different sewage sludge-composts, **Journal of Hazardous Materials**, Amsterdam, v. 147, p. 1063–1072, 2007.

CAMARGO, O.C. Reações e interações de micronutrientes no solo. In: FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P. (Ed.). **Micronutrientes na agricultura**. Piracicaba : Potafos/CNPq, 1991. p.243-266.

CAMARGO, O.A.; MONIZ, A.C.; JORGE, J.A.; VALADARES, J.M.A.S. **Métodos de análise química e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas**. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 1986. 94 p.

CAMARGO, O.A.; VALADARES, J.M.A.S.; DECHEN, A.R. Efeitos do pH e da incubação na extração do manganês, zinco, cobre e ferro do solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 6, p.83-85,1982.

CANTARELLA, H.; PROCHNOW, L.I. Determinação de sulfato em solos. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A., (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais.** Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 2001. p. 225-230.

CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van; COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C. Determinação de alumínio, cálcio e magnésio trocáveis em extrato de cloreto de potássio. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A., (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade em solos tropicais**. Campinas, Instituto Agronômico, 2001. p. 213-224.

CASER, D.V.; AMARO, A.A. Evolução da produtividade na citricultura paulista. **Informações Econômicas**, São Paulo, v. 34, p.7-12, 2004.

CBH-PCJ (Comitê da Bacia Hidrográfica dos Rios Piracicaba, Capivari e Jundiaí). **Relatório de Situação**, Agência de Água PCJ, São Paulo, 2007. 201 p.

CLEMMENS, A.J; SOLOMON, K.H. Estimation of global irrigation distribution uniformity. **Journal of Irrigation and Drainage Engineering**, Boston, v. 123, n. 6, p. 454-461, 1997.

COELHO, E.F.; MAGALHÃES, A.F. de J.; COELHO FILHO, M.A. **Irrigação e fertirrigação em citros**. Cruz das Almas: Embrapa Mandioca e Fruticultura Tropical, 2004. 16 p. (Circular técnica, 72)

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resolução nº 375/2006, de 29/8/2006.** Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências. Disponível em: http://www.mma.gov.br/port/conama. Acesso em: 10 Out. 2006.

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resolução nº 375/2005, de 17/3/2005.** Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.. Disponível em: http://www.mma.gov.br/port/conama. Acesso em: 10 Out. 2005.

DAILY, G.; DASGUPTA, P.; BOLIN, B.; CROSS, P.; GUERNY, J. DU; EHRLICH, P.; FOLKE, C.; JANSSON, A.M.; JANSSON, B.; KAUTSKY, N.; KINZING, A.; LEVIN, S.; MALER, K.; PINSTRUP-ANDERSEN, P.; SINISCALCO, D.; WALKER, B. Global food

supply: food production, population growth, and the environment. **Science**, Washington, v. 281, p. 1291-1292, 1998.

DOORENBOS, J.; PRUITT, W. O. **Crop water requirements**. Rome: FAO. 1977. 144 p. (FAO Irrigation and Drainage, 24)

EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. **Manual de analise de solos**, **plantas e fertilizantes**. Brasília: EMBRAPA Solos/EMBRAPA. 1999. 370p.

EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos. **Súmula da Reunião Técnica de Levantamento de Solos**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 1979. 38 p.

EPSTEIN, E.; BLOOM, A. J. **Mineral nutrition of plants**: principles and perspectives. Massachusetts: Sinauer, 2005. 380 p.

FALKINER, R.A.; POLGLASE, P.J. Transport of phosphorus through soil in an effluent-irrigated tree plantation. **Australian Journal of Soil Research,** Collingwood Victoria, v. 35, p. 385-397, 1997.

FATTA, D.; SALEM, Z.; MOUNTADAR, M.; ASSOBHEI, O.; LOIZIDOU M. 2004. Urban wastewater treatment and reclamation for agricultural irrigation: the situation in Morocco and Palestine. **The Environmentalist**, New York, v. 24, n. 4, p. 227-236, 2004.

FEIGENBAUM, S.; BIELORAI, H.; ERNER, Y.; DASBERG, S. The fate of <sup>15</sup>N labeled nitrogen applied to mature citrus trees. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 97, p. 179-187, 1987.

FEIGIN, A.; RAVINA, I.; SHALHEVET, J. Irrigation with treated sewage effluent: management for environmental protection. Berlin: Springer-Verlag, 1991. 224 p.

FIRME, L.P. Efeito da irrigação com efluente de esgoto tratado no sistema soloplanta em um Latossolo cultivado com cana-de-açúcar. 2007. 109p. Dissertação (Mestrado em Solos e Nutrição de Plantas) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2007.

FNP CONSULTORIA & COMÉRCIO. Laranja. In \_\_\_\_\_. Agrianual 2006: anuário da agricultura brasileira. São Paulo, 2005. p. 257-271.

FONSECA, A.F. Viabilidade agronômico-ambiental da disposição de efluente de esgoto tratado em um sistema solo-pastagem. 2005. 174 p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005.

FONSECA, A.F.; MELFI, A.J.; MONTES, C.R. Maize growth and changes in soil fertility after irrigation with treated sewage effluent. I. Plant dry matter yield and soil nitrogen and phosphorus availability. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philadelphia, v. 36, p. 1965-1981, 2005a.

FONSECA, A.F.; MELFI, A.J.; MONTES, C.R. Maize growth and changes in soil fertility after irrigation with treated sewage effluent. II. Soil acidity, exchangeable cations, and sulfur, boron and heavy metals availability. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philadelphia, v. 36, p. 1983-2003, 2005b.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **The state of food insecurity in the world 2004:** monitoring progress towards the World Food Summit and Millennium Development Goals. Rome: FAO, 2004. 40 p.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **Wastewater treatment and use in agriculture**. Rome, 1992. (FAO irrigation and drainage paper 47)

FREIRE, M.B.G.S.; FREIRE, F.J. Fertilidade do solo e seu manejo em solos afetados por sais. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ, V.H., BARROS, N.F. (Ed.). **Fertilidade do solo**, Viçosa: SBCS, 2007. p. 929-954.

GLOAGUEN, T.V.; FORTI, M.C.; LUCAS, Y.; MONTES, C.R.; GONÇALVES, R.A.B.; HERPIN, U.; MELFI, A.J. Soil solution of a Brazilian Oxisol irrigated with treated sewage effluent. **Agriculture Water Management**, Amsterdam, v. 88, p. 119–131, 2007.

GUO, L.; SIMS, R. Soil response to eucalypt tree planting and meatworks effluent irrigation in a short rotation forest regime in New Zealand. **Bioresource Technology**, Oxford, v. 87, p. 341-347, 2003.

GUSTAFSSON, J.P. Visual MINTEQ version 2.61. **Department of Land and Water Resources Engineering. Exposure Assessment Models,** Disponível em: http://www.lwr.kth.se/English/OurSoftware/vminteq. Acesso em: 1 Out. 2009.

HASSANLI, A.M.; JAVAN, M.; SAADAT, Y. Reuse of municipal effluent with drip irrigation and evaluation of the effect on soil properties in a semi-arid area. **Environmental Monitoring and Assessment,** Dordrecht, v. 144, n. 1/3. p. 151–158, 2008.

HAYNES, R.J. Lime and phosphate in the soil-plant system. **Advances in agronomy**, San Diego, v. 37, p. 249-315, 1984.

HERPIN, U.; GLOAGUEN, T. V.; FONSECA, A.F.; MONTES, C.R.; MENDONÇA, F.C.; PIVELLI, R.P.; BREULMAN, G.; FORTI, M.C.; MELFI, A.J. Chemical effects on the soil

plant system in a secondary treated wastewater irrigated coffee plantation - A pilot field study in Brazil. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 89, p. 105-115, 2007.

HESPANHOL, I. Água e o saneamento básico, uma visão realista. In: REBOUÇAS, A. C.; BRAGA, B.; TUNDISI, J. G. (Org.). **Águas doces no Brasil**: capital ecológico, uso e conservação. São Paulo: Escrituras Editora, 2006. p. 269-324.

HESTER R.E.; HARRISON R.M. **Waste Treatment and Disposal:** Issues in Environmental Science and Technology. London: Royal Society of Chemistry, 1995, 158p.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Banco de dados agregados,** sistema IBGE de recuperação automática – SIDRA, Disponível em: http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/tabela/protabl.asp?c=1613&z=t&o=11&i=P. Acesso em: 03 Dez. 2009.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Pesquisa nacional de saneamento básico**: 2000. Rio de Janeiro: Departamento de População e Indicadores Sociais, 2002. 431 p.

IPF - Instituto da Potassa & Fosfato. **Manual internacional de fertilidade do solo. Tradução e adaptação:** Lopes, A. S., 2.ed. Piracicaba: Potafos. Título original: International soil fertility manual. 1998. 177 p.

ITABORAHY C. R.; COUTO, L.; SANTOS, D. G.; PRETO. L. A.; REZENDE. S. R. **Agricultura irrigada e o uso racional da água**. Brasília: Agência Nacional das Águas, Superintendência de Conservação de Água e Solo 2004. 30 p.

JALALI, M.; MERIKHPOURA, H.; KALEDHONKARB, M. J.; ZEE, S.E.A.T.M. van der Effects of wastewater irrigation on soil sodicity and nutrient leaching in calcareous soils. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 95, n. 2, p. 143-153, 2008.

JAMES, D.; HANKS, R.; JURINAK, J. **Modern Irrigated Soils.** New York: John Wiley, 1982. 235p.

JORDAN. M.J.; K.J. NADELHOFFER; FRY, B. Nitrogen cycling in forest and grass ecosystems irrigated with 15N-enriched wastewater. **Ecological Applications**, Washington, v. 7, p. 864-881, 1997.

KABATA-PENDIAS, A.; MUKHERJEE, A.B. Trace elements from soil to human. New York: Springer, 2007. 450 p.

KOO, R.C.J.; ZEKRI, M. Citrus irrigation with reclaimed municipal wastewater. **Proceedings of the Florida State Horticultual Society**, Winter Haven, v. 102, p. 52-56, 1989.

LEAL, R.M.P. Efeito da irrigação com efluente de esgoto tratado em propriedades químicas de um Latossolo cultivado com cana-de-açúcar. 2007. 109p. Dissertação (Mestrado em Solos e Nutrição de Plantas) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2007.

LEAL, R.M.P.; FIRME, L.P.; MONTES, C.R.; MELFI, A.J.; PIEDADE, S.M.S. Soil exchangeable cations, sugarcane production and nutrient uptake after wastewater irrigation. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 66, p. 242-249, 2009b.

LEAL, R.M.P.; HERPIN, U.; FONSECA, A.; FIRME, L.; MONTES, C.; MELFI, A. Sodicity and salinity in a Brazilian Oxisol cultivated with sugarcane irrigated with wastewater. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 96, p. 307-316, 2009a.

LINDSAY, W.L.; NORVELL, W.A. Development of DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 42, n. 3, p. 421-428, 1978.

LUBELLO, C.; GORI, R.; NICESE, F.P; FERRINI, F. Municipal-treated wastewater reuse for plant nurseries irrigation. **Water Research**, Oxford, v. 38, n. 12, p. 2939-2947, 2004.

MALAVOLTA, E. **Manual de nutrição de plantas**. São Paulo: Agronômica. Ceres, 2006. 638p.

MALAVOLTA, E.; PRATES, H.S.; CASALE, H.; LEÃO, H.C. **Seja o Doutor dos seus citros.** Piracicaba: Informações Agronômica - POTAFOS, 1994. 235p.

MALAVOLTA, E.; VIOLANTE NETTO, A. Nutrição mineral, calagem, gessagem e adubação dos citros. Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 1989. 153 p.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G.C.; OLIVEIRA, S.A. **Avaliação do estado nutricional das plantas -princípios e aplicações**. 2. ed. Piracicaba: POTAFOS, 1997. 309 p.

MANCINO, C.F.; PEPPER, I.L. Irrigation of turfgrass with secondary sewage effluent: soil quality. **Agronomy Journal**, Madison, v. 84, n. 4, p. 650–654, 1992.

MARQUES, M.O.; CORAUCCI FILHO, B.; BASTOS, R.K.X.; KATO, M.T.; LIMA, V.L.A.; ANDRADE NETO, C.O.; MENDONÇA, F.C.; MARQUES, P.A.A.; MARQUES, T.A.; BELLINGIERI, P.H.; van HAANDEL, A. Uso de Esgotos Tratados em Irrigação: Aspectos Agronômicos e Ambientais. In: BASTOS, R.K.X. (Org.). **Utilização de** 

**Esgotos Tratados em Fertirrigação, Hidroponia e Piscicultura.** Rio de Janeiro: ABES, Rima, 2003. p. 61-118.

MAURER, M.A.; DAVIES, F.S. Microsprinkler irrigation of young "Redblush" grapefruit trees using reclaimed water. **HortScience**, Alexandria, v. 28, n. 12, p. 1157-1161, 1993.

MAURER, M.A.; DAVIES, F.S.; GRAETZ, D.A. Reclaimed wastewater irrigation and fertilization of mature Redblush grapefruit trees on spodosols in Florida. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, Greensboro, v. 120, n. 3, p. 394–402, 1995.

MEDINA, C.L.; MACHADO, E.C.; RENA, A.B.; SIQUEIRA, D.L. de. Fisiologia dos citros. In: MATTOS JÚNIOR, D.; DE NEGRI, J.D.; PIO, R.M.; POMPEU JÚNIOR, J. (Ed.). **Citros**. Campinas: Instituto Agronômico, 2005. p. 147-195.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na, and NH**<sub>4</sub>. North Carolina Soil Test Division (Mimeo 1953), Raleigh, NC, 1953.

MOHAMMAD, M.J.; MAZAHREH, N. Changes in soil fertility parameters in response to irrigation of forage creops with secondary treated wastewater. **Communication in Soil Science and Planta Analysis**, New York, v.34, p. 1281-1294, 2003.

MORGAN, K.T.; WHEATON, T.A.; PARSONS, L.R.; CASTLE, W.S. Effects of Reclaimed Municipal Waste Water on Horticultural Characteristics, Fruit Quality, and Soil and Leaf Mineral Concentration of Citrus. **HortScience**, Alexandria, v. 43, p. 459-464, 2008.

NIRIT, B.; ASHER, B.T.; HAYA, F.; PINI, S.; ILONA, R.; AMRAM, C.; MARINA, I. Application of treated wastewater for cultivation of roses (Rosa hybrida) in soil-less culture. **Scientia Horticulturae**, Amsterdam, v. 108, n. 2, p. 185-193, 2006.

NOGUEIRA, S. F. Efeitos da irrigação com esgoto tratado e fertilização nitrogenada na ciclagem de carbono e nitrogênio e no metabolismo microbiano de um solo cultivado com capim-Bermuda Tifton 85. 2008. 138p. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2008.

NOVAIS; R.F.; SMYTH, T.J.; NUNES, F.N. Fósforo. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ, V.H., BARROS, N.F. (Ed.). **Fertilidade do solo**, Viçosa: SBCS, 2007. p. 471-550.

OBREZA, T.; MORGAN, K.T. **Nutrition of Florida Citrus Trees.** Gainesville: University of Florida, IFAS SL, 2008. 253 p.

OLIVEIRA, S.M.A.C.; von SPERLING, M. Avaliação de 166 ETEs em operação no país, compreendendo diversas tecnologias. Parte 1: análise de desempenho. **Engenharia Sanitária Ambiental**, Rio de Janeiro, v. 10, n. 4, p. 347-357, 2005.

PARK, H.M. Univariate analysis and normality test using SAS, Stata, and SPPS. Indiana: The trustees of Indiana University, 2008. 39 p.

PARSONS, L.R.; MORGAN, K.T.; WHEATON, T.A.; CASTLE, W.S. Wastewater and Reclaimed Water - Disposal Problem or Potential Resource? **Proceedings of the Florida State Horticultural Society**, Miami, v. 114, p. 97-100, 2001.

PARSONS, L.R.; WHEATON, T.A.; CASTLE, W.S. High Application Rates of Reclaimed Water Benefit Citrus Tree Growth and Fruit Production. **HortScience**, Alexandria, v. 36, n. 7, p. 1273-1277, 2001.

PAULA, A.M. Atributos microbiologicos do solo em área de pastagem irrigada com laminas excedentes de efluente de esgoto tratado. 2008. 120p. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2008.

PEDRERO, F.; ALARCÓN, J.J. Effects of treated wastewater irrigation on lemon trees. **Desalination**, Amsterdam, v. 246, p. 631-639, 2009.

PIMENTEL-GOMES, F.; GARCIA, C.H. Estatística aplicada a experimentos agronômicos e florestais – Exposição com exemplos e orientações para uso de aplicativos. Biblioteca de ciências agrárias Luiz de Queiroz. Piracicaba: FEALQ, 2002. v. 1, 309 p.

PIRES, R.C.M.; LUCHIARI, D.J.F.; ARRUDA, F.B.; MOSSAK, I. Irrigação. In: MATTOS JUNIOR et al. (Ed.). **Citros**. Campinas: Instituto Agronômico e Fundag, 2005. chap.13, p. 370-408.

PIVELI, R.P.; MENDONÇA, F.C. Uso de Esgotos Tratados em Lagoas de Estabilização Para Fertirrigação nas Culturas de Milho e Girassol. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2003, Joinville/SC. **Anais...** Rio de Janeiro/RJ: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2003. p. 23-26.

QIAN, Y.L.; MECHAM, B. Long Term Effects of Recycled Wastewater Irrigation on Soil Chemical Properties on Golf Course Fairways. **Agronomy Journal**, Madison, v. 97, p. 717-721, 2005.

QUAGGIO, J.A. **Acidez e calagem em solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2000. 111 p.

QUAGGIO, J.A.; DECHEN, A.R.; RAIJ, B. van. Efeitos da aplicação de calcário e gesso sobre a produção de amendoim e lixiviação de bases no solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v. 6, p. 189-194, 1982.

QUAGGIO, J.A.; MATTOS JÚNIOR, D.; CANTARELLA, H. Manejo da fertilidade do solo na citricultura. In: MATTOS JUNIOR. (Ed.). **Citros.** Campinas: Instituto Agronômico e Fundag, 2005. chap. 17, p. 484-507.

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

QUINONES, A.; BANULUS, J.; PRIMI-MILLO, E.; LEGAZ, F. Recovery of the <sup>15</sup>N-labelled fertilizer in citrus tree in relation with timing of application and irrigation system. **Plant and Soil**, Dordrecht, v. 268, p. 367-376.

RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e adubação.** São Paulo; Piracicaba: Ceres, Potafos. 1991. 343p.

RAIJ, B. van. Fósforo no solo e interação com outros elementos. In: Yamada, T.; Abdalla, S.R.S. (Ed.). **Fósforo na Agricultura Brasileira**. Piracicaba: Potafos, 2004. p.107-115.

RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. (Ed.). **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo.** 2.ed. Campinas: Instituto Agronômico, 1997. 255p. (Boletim Técnico, 100).

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

RATTAN, R.K.; DATTA, S.P.; CHHONKAR, P.K.; SURIBABU, K.; SINGH, A. K. Longterm impact of irrigation with sewage effluents on heavy metal content in soils, crops and groundwater: a case study. **Agriculture, Ecosystems & Environment**, Amsterdam, v. 109, n. 3/4, p. 310-322, 2005.

REBOLL, V.; CEREZO, M.; ROIG, A.; FLORS, V.; LAPENA, L.; GARCIA-AGUSTIN, P. Influence of wastewater vs groundwater on young citrus trees. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 80, p. 1441-1446, 2000.

REBOUÇAS, A.C. Água doce no mundo e no Brasil. In: REBOUÇAS, A.C.; BRAGA, B.; TUNDISI, J.G. (Ed.). **Águas doces no Brasil:** capital ecológico, uso e conservação. 3.ed. São Paulo: Escrituras, 2002. p.1-37.

REUTER, D.J.; ROBINSON, J.B. **Plant analysis**: an interpretation manual. Melbourne: CSIRO, 1997. 572 p.

RICHARDS, L.A. **Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils.** Washington: US Salinity Laboratory Staff. Agricultural Department, 1954. 160 p. (Handbook 60).

ROSE, G.D. Community-Based Technologies for Domestic Wastewater Treatment and Reuse: Options for Urban Agriculture. Ottawa: N.C. Division of Pollution Prevention and Environmental Assistance, 1999. 75 p. (CFP Report Series: Report, 27)

ROUT, G.R.; SAMANTARAY, S.; DAS, P. Aluminium toxicity in plants: a review. **Agronomie,** Courtaboeuf, v. 21, p. 3-21, 2001.

RUSAN, M.J.M.; HINNAWI, S.; ROUSA, L. Long term effect of wastewater irrigation of forage crops on soil and plant quality parameters, **Desalination**, Amsterdam, v. 215, p. 143–152, 2007.

SABESP (Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo). Secretaria de energia, recursos hídricos e saneamento. Fundos de Investimentos em Direitos Creditórios Sabesp I, 2006. Disponível em:

http://www.sabesp.com.br/Sabesp/filesmng.nsf/06CC36B9EBC2C13E832571A8005E2078/\$File/sabesp\_prospecto.pdf. Acesso em: Out. 2009.

SALATI, E. Diagnóstico ambiental sintético e qualidade da água como subsídio para o planejamento regional integrado da Bacia Hidrográfica do rio Corumbataí (SP). 1996. 199p. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos-SP, 1996.

SANTOS, A.P.R. Efeito da irrigação com efluente de esgoto tratado, rico em sódio, em propriedades químicas e físicas de um Argissolo Vermelho distrófico cultivado com capim-Tifton 85. 2004. 94 p. Dissertação (Mestrado em Solos e Nutrição de Plantas) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004.

SAS System. SAS Institute Inc. SAS OnlineDoc 9.1.2. Cary, NC: SAS Institute, 2004.

SENTELHAS, P.C.; PEREIRA, A.L. **Metereologia agrícola**. Piracicaba: ESALQ, 2000. 172p.

SILVA, M.S.T. Irrigação com efluente de esgoto tratado na cultura da laranja: implicações nas propriedades físicas e químicas de um Argissolo vermelho

- **amarelo distrófico típico.** 2009. 84 p. Dissertação (Mestrado em Ecologia Aplicada) Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.
- SOARES, M.R.; CASAGRANDE, J.C.; ALLEONI, L.R.F. Adsorção de boro em solos ácricos em função da variação do pH. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 32, p. 11-120, 2008.
- SOUSA, D. M.G. S.; MIRANDA, L.N.; OLIVEIRA, S.A. Acidez do solo e sua correção. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ V., V.H.; BARROS, N.F.; FONTES, R.L.F.; CANTARUTTI, R.B.; NEVES, J.C.L. (Ed.). **Fertilidade do Solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p. 205-274.
- SPARKS, D.L. Environmental soil chemistry. London: Academic press, 1995. 267 p.
- TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Plant physiology**. Sunderland: Sinauer Associates, 2004. 718 p.
- TANJI, K.K. Irrigation with marginal quality waters: issues. **Journal of Irrigation and Drainage Engineering**, Roston, v. 123, n. 3, p. 165-9, 1997.
- TOOR, G.S.; RAINEY, D.P. **History and current status of reclaimed water use in Florida**. University of Florida: Gainesville. Disponível em: http://edis.ifas.ufl.edu/ SS520. Acesso em: 20 Nov. 2009.
- TOZE, S. Reuse of effluent water-benefits and risks. **Agricultural water management**, Amsterdam, v. 80, p. 147-159, 2006.
- TZANAKAKIS, V.E.; PARANYCHIANAKIS, N.V.; ANGELAKIS, A.N. Soil as a wastewater treatment system: historical development. **Water Science & Technology:** Water Supply, London, v.7, n.1, p.67-75, 2007.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **Guidelines for water reuse**. EPA/625/R-04/108. Washington: USEPA, 2004. 286 p.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **A guide to the biosolids risk assessments for the EPA Part 503 rule**. Office of Wastewater Management, EPA/832-B-93-005. Washington: USEPA, 1995. 195p.
- United Nations. Sustainable Development United Nations Conference on Environmental and Development. Agenda 21. Rio de Janeiro: UN, 1992. 351 p.
- VITTI, G.C.; DONADIO, L.C.; DELARCO, R.D.; MALAVOLTA, E.; CABRITA, J.R.M. Influence of soil and leaf application of micronutrients on yield and fruit quality of *Citrus sinensis* Osbeck, variety Pera. In: FRAGOSO, M.A.C; BEUSICHEM, M.L. (Ed.).

**Optimization of Plant Nutrition.** Dodrecht: Kluwer Academic Publishers, 1993. p. 453-456.

VLEK, P.L.G. **Micronutrients in tropical food crop production**. Dordrecht: Martinus Nijhoff. 1985. 260 p.

WALKER, C.; LIN, H.S. Soil property changes after four decades of wastewater irrigation: A landscape perspective. **Catena**, Amsterdam, v. 73, p. 63-74, 2008

WHO - World Health Organization. 2006. **WHO Guidelines for the safe use of wastewater**, excreta and greywater: waste water use in agriculture. Geneva: World Health Organization, 2006. 192 p.

WITTBRODT, P.R.; PALMER C.D. Reduction of Cr(VI) by soil humic acids. **European Journal of Soil Science**. Oxford, v. 47, p. 151-162, 1996.

ZANINI, J.R.; PAVANI, L.C.; SILVA, J.A.A. **Irrigação em citros.** Jaboticabal: FUNEP, 1998. 35 p.

ZEKRI, M.; KOO, R.C.J. Treated municipal wastewater for citrus irrigation. **Journal of Plant Nutrition**, New York, v. 17, n. 5, p. 693-708, 1994.

## 4 IRRIGAÇÃO DE LONGO PRAZO COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATADO E OS EFEITOS NA FERTILIDADE DO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE POMELEIROS - C, N, P, K E Na

#### Resumo

A irrigação com efluente de esgoto tratado (EET) vem recebendo atenção renovada devido ao aumento de custo e redução das reservas de água doce. Com este estudo objetivou-se: i) determinar as concentrações de C, N, P, K e Na no EET, no solo e no tecido foliar de pomeleiros após 11 anos de irrigação com EET (1997-2008), e; ii) avaliar os potenciais impactos da irrigação com EET, no longo prazo, sobre a fertilidade e a salinidade do solo. Em um pomar comercial de pomelos [(Citrus paradise Macf.) sobre (Citrus aurantium L.)] localizado na cidade de Okeechobee, FL – USA, foram coletadas amostras de solo em diferentes camadas (0-15, 15-30, 30 45, 45-90 cm), em talhões irrigados com EET e água. Também foram coletadas amostras de folhas para a avaliação do estado nutricional das plantas de ambos os talhões. No solo a condutividade elétrica, pH<sub>H2O</sub> e pH<sub>CaCl2</sub> foram analisados por potenciometria. O carbono e N total foram determinados por combustão elementar. O nitrato e NH<sub>4</sub><sup>+</sup> disponíveis foram extraídos em solução de KCl. O fósforo foi extraído em soluções de Mehlich-3, Mehlich-1 e NaHCO<sub>3</sub>. O potássio o Na foram extraídos em solução Mehlich-3. Cálcio, Mg e Na foram também extraídos por pasta de saturação para a determinação da razão de adsorção por sódio. Nas amostras de folhas foram analisados N, δ<sup>15</sup>N, C, P, K e Na. A irrigação com EET melhorou a fertilidade do solo, adicionando quantidades de nutrientes que equivalem a 31%, 85%, e 78% de N, P e K, respectivamente, da quantidade total exportada anualmente. O N e <sup>15</sup>N aumentaram em 3,3% e 46% no tecido da foliar. O K diminuiu em 19% no tecido foliar sendo substituído por Na, devido à grande concentração deste no EET. Houve um aumento na concentração de Na foliar de 195%. A condutividade elétrica do solo aumentou de 150 para 350 µS cm<sup>-1</sup>, e a razão de adsorção por sódio de 1 para 4 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup>, comparando-se os talhões irrigados com água e EET, respectivamente. Contudo, os riscos de salinização do solo e prejuízos ao desenvolvimento da planta parecem ser mínimos, devido à qualidade do EET e à precipitação anual (1372 mm). Esses resultados são importantes para o desenvolvimento e planejamento do manejo para o uso sustentável de EET em sistemas de produção agrícola.

Palavras-chave: Citrus paradise Macf; Condutividade Elétrica; Sódio; Salinidade

### LONG TERM IRRIGATION WITH RECLAIMED WASTEWATER AND THE EFFECTS ON SOIL FERTILITY AND GRAPEFRUIT NUTRITION - Na, C, N, P E K

#### **Abstract**

Irrigation with reclaimed wastewater (RWW) is receiving renewed attention with increasing expense and reduced supplies of freshwater. The objectives of this study were: i) to determine the concentration of C, N, P, K and Na in the RWW, soil and leaf tissue of grapefruit after 11 years of RWW irrigation (1997-2008), and; ii) to evaluate the potential impacts of long-term irrigation with RWW on soil fertility and soil salinity. Soil samples were taken in a commercial grapefruit grove [(Citrus paradise Macf.) on (Citrus aurantium L.)] in Okeechobee, FL - USA, from different soil layers (0-15, 15-30, 30 45, 45-90 cm) at RWW and well water (WW) irrigated plot. Leaf samples were collected from both blocks to determine the nutritional status of the plants. Soil electrical conductivity, pH<sub>H2O</sub> e pH<sub>CaCl2</sub> were analyzed by potentiometric method. Total C and N were analyzed by elemental combustion of the samples. Nitrate and NH<sub>4</sub><sup>+</sup> were extracted using KCl solution. Phosphorus was extracted using Mehlich-1, Mehlich-3 and NaHCO<sub>3</sub> solutions. Potassium and sodium were extracted using Mehlich-3 solution. Calcium, Mg and Na were extracted from a saturated paste for sodium adsorption ratio determination. Leaf samples were digested and analyzed for N,  $\delta^{15}$ N, C, P, K and Na. Wastewater irrigation improved soil fertility by addition of 31%, 85%, and 78% of N, P and K, respectively, of the total amounts removed by the harvested fruits. N and <sup>15</sup>N built up 3.3% and 46% in plant tissue. Potassium decreased in the leaf tissue by 19% and was replaced by Na due to high Na input via RWW irrigation. Sodium concentration in leaf tissue increased about 195%. Electrical conductivity increased from 150 µS cm<sup>-1</sup> to 350 µS cm<sup>-1</sup> and the sodium adsorption ration from 1 to 4 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup>, by comparing the RWW and WW irrigated plots, respectively. However, the risks of soil salinization and plant growth appear to be minimal due to the quality of RWW and annual precipitation (1372 mm). The results indicate the importance to develop adequate management plans for beneficial use of RWW in agricultural production systems.

**Keywords:** Citrus paradise Macf; Electrical Conductivity; Sodium; Salinity

#### 4.1 Introdução

Estima-se que a demanda global por alimento dobre de 1991 até 2030, aumentando, consequentemente o uso de água para a produção de alimento. A agricultura é responsável pelo uso de 2/3 da água doce do mundo (OKI; KANAE, 2006). Deste modo, é fundamental aprimorar a eficiência do uso da água no setor agrícola (DAILY et al., 1998). Para a produção sustentável de alimentos é preciso aumentar a irrigação e a fertilização de solos agrícolas (FAO, 2004). Neste contexto, a Agenda 21 faz referência ao manejo apropriado do meio ambiente e enfatiza a necessidade de se ampliar a utilização da água de reuso, bem como aperfeiçoar as tecnologias de reuso (UNITED NATIONS, 1992).

A irrigação com efluente de esgoto tratado (EET) tem se tornado uma prática mundial em ascensão devido aos diversos benefícios que apresenta (LUBELLO et al., 2004; PARSONS; WHEATON; CASTLE, 2001): i) reduz a utilização da água de melhor qualidade, que poderia ser destinada para uso potável; ii) existem grandes quantidades de EET durante o ano inteiro; iii) a água de melhor qualidade poderia ser destinada para o uso potável; iv) possui benefícios econômicos, atribuídos principalmente ao aproveitamento de nutrientes presentes, e; v) sua utilização traz ganhos ao ambiente, pois sua disposição no solo evita a poluição dos corpos d'água (eutroficação).

O EET geralmente contém quantidades consideráveis de macronutrientes (N, P e K), além de micronutrientes em menor quantidade. Como resultado da irrigação com EET, tem sido reportada a alteração em determinadas propriedades do solo e da nutrição da planta (TOZE, 2006; WALKER; LIN, 2008; KALAVROUZIOTIS et al., 2008).

A irrigação com EET é frequentemente citada como uma fonte alternativa de N e P para a produção de culturas agrícolas, reduzindo assim o uso de fertilizantes minerais (PALACIOS-DÍAZ et al., 2009; PEDRERO; ALARCON, 2009). Barton et al. (2005) relataram que os teores de N e P no solo cultivado com pastagem irrigada por dois anos com EET (2.300 mm ano<sup>-1</sup>) aumentaram em 700 e 280 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup>, respectivamente. Em outro estudo, Davies e Maurer (1993) observaram que a concentração de N, P e K no tecido foliar de citros estava ideal após irrigação com EET. Eles concluíram que a irrigação com EET supriu em 65% a necessidade de N para a produção de pomelos.

Segundo Zekri e Koo (1990) com a irrigação com EET, as concentrações de N, P e K aumentaram nas folhas de 'Valência' e 'Hamlin' quando comparadas ao controle (água). Após quatro anos de irrigação com EET, o nível de P no solo havia aumentado em 25%, proporcionando maior crescimento da planta, o que tornou possível a exclusão deste elemento do programa de fertilização.

No entanto, no que diz respeito à fertilidade do solo e nutrição da planta, alguns possíveis impactos negativos da irrigação com EET precisam ser considerados especialmente após longos períodos de irrigação. Estudos demonstraram aumentos da salinização do solo, bem como a diminuição de K trocável devido à adição de Na pelo EET (USEPA, 2004; GORHAM, 2007, LEAL et al., 2009a; LEAL et al., 2009b). Esses efeitos devem ser considerados no programa de irrigação com EET, particularmente para os citros, que são sensíveis à salinização do solo (FAO, 1992; AL-YASSIN, 2004).

Além do mais, os efeitos da irrigação de longo prazo com EET na fertilidade do solo e nutrição da planta não foram bem elucidados. Neste contexto, objetivou-se: i) determinar as concentrações de C, N, P, K and Na no EET, no solo e no tecido foliar de pomeleiros após 11 anos de irrigação com EET (1997-2008), e; ii) avaliar os potenciais impactos da irrigação com EET, no longo prazo, sobre a fertilidade e a salinidade do solo.

#### 4.2 Material e métodos

#### 4.2.1 Descrição da área

O estudo foi conduzido em um pomar comercial de citros de 360 ha próximo da cidade de Okeechobee, FL - EUA (27°19'14.75"N - 80°48'19.91"W). Dois talhões de citros, de 8,1 ha cada, foram selecionados em função da combinação similar do solo, volume de irrigação, copa e porta-enxerto, e diferentes fontes de água para irrigação (EET e água). Ambos os talhões foram irrigados de 1997 até 2008, e as árvores tinham 26 e 34 anos, respectivamente. As árvores possuíam espaçamento de 8 x 5 m. O talhão irrigado com EET recebeu 20.759 L árvore-1 ano-1 e o irrigado com água 19.420 L árvore-1 ano-1. Os dois talhões estavam localizados em um Planossolo Háplico, e cultivados com pomeleiro (*Citrus paradise* Macf.) enxertado em laranja azeda (*Citrus* 

aurantium L.), sendo a variedade 'Ray Red' para o talhão irrigado com EET e 'Rub Red' para o talhão irrigado com água.

As plantas foram irrigadas com microaspersores (60,5 L h<sup>-1</sup>) e fertilizadas com 1,8 kg árvore<sup>-1</sup> (N-P-K; 14-0-18 + 3 Mg) na primavera, 1,8 kg árvore<sup>-1</sup> (12-0-16 + 3 Mg) no início do verão, 0,9 kg árvore<sup>-1</sup> (14-0-16 + 3 Mg) no outono e receberam 2,2 kg ha<sup>-1</sup> de pulverização (0-29-26) duas vezes ao ano.

#### 4.2.2 Amostragem e análise do solo

Um *grid* amostral (PENNOCK; YATES; BRAIDEK, 2008) quadrado (0,14 ha) foi delimitado para coletar cinco pontos de sub-amostragem, formando uma amostra composta. Em cada talhão (EET e água), foram distribuídos, quatro *grids* de amostragem, totalizando vinte sub-amostras por talhão, ou quatro amostras compostas. As amostras de solo foram coletadas em abril de 2008, na profundidade de 0-15, 15-30, 30-45, 45-90 cm usando um trado tipo caneco, com o ponto de amostragem a 1,0 m de distância do emissor.

Para garantir a posição dos pontos de amostragem, cada *grid* foi posicionado no Google Earth<sup>™</sup> e suas coordenadas geográfica destinadas para o *software* Track Maker<sup>®</sup> e então transferidas a um GPS (*Global Positioning System*) com precisão de 3 metros. O GPS foi utilizado para encontrar cada ponto de amostragem no campo.

As amostras de solo foram secas ao ar, trituradas e peneiradas em malha de 2 mm. Foram analisadas a condutividade elétrica (CE), pH, C, N, P, K e Na. A CE foi medida de acordo com Rhoades (1996) na razão solo:água de 1:2. O pH foi determinado em uma solução de CaCl<sub>2</sub> (0,01 M) e em água ultra pura (Milli-Q<sup>®</sup>) usando uma pH metro (Model 220, Denver Instrument Inc., Denver, USA) na razão solo:solução de 1:1 (THOMAS, 1996). O C e N totais foram determinados por um analisador CN (vario Max CN, Elemental Analysensystem GmbH, Hanau, Germany). O nitrogênio disponível no solo (NO<sub>3</sub> e NH<sub>4</sub> +) foi extraído em solução KCl (2 mol L<sup>-1</sup>) (MULVANEY, 1996) e as concentrações de NO<sub>3</sub> -N e NH<sub>4</sub> +-N no extrato foram determinadas por método colorimétrico utilizando-se um auto analisador (Easychem plus, Systea Scientific Inc, IL, USA). O P disponível no solo foi extraído em solução NaHCO<sub>3</sub> (0,5 mol L<sup>-1</sup>) e determinado por método colorimétrico (KUO, 1996). E este elemento também foi

extraído pelas soluções Mehlich-3 (M-3) e Mehlich-1 (M-1) (MEHLICH, 1984; REED, MARTENS, 1996) e determinado pelo ICP-OES (Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry - Ultima, JY Horiba, Brunwick, NJ). O K e Na foram extraídos usando a solução M-3 e suas concentrações foram determinadas pelo ICP-OES. Os elementos Ca, Mg e também o Na do solo foram extraídos por pasta de saturação (WOLT, 1994) e suas concentrações utilizadas para calcular a razão de adsorção por sódio (RAS) (RICHARD, 1954) conforme a equação a seguir, onde [Na²+], [Ca²+] e [Mg²+] são as concentrações em mmol de carga por litro.

$$RAS = \frac{[Na^{2+}]}{(0.5 \times [Ca^{2+}] + 0.5 \times [Mg^{2+}])^{1/2}}$$

#### 4.2.3 Amostragem e análise de folhas

Em julho de 2008, quatro amostras de folhas foram coletadas em três árvores em cada um dos cinco pontos dos mesmos *grids* determinados para amostragem de solo. Para cada árvore, quatro folhas de 4 a 6 meses de idade, de ramos da primavera sem frutos foram coletadas. Após a coleta, as folhas foram limpas conforme os seguintes passos: 1) lavagem em água corrente para remoção de partículas sólidas; 2) lavagem em solução com baixa concentração de detergente (sem fósforo) enxágue em água ultra pura (Milli-Q<sup>®</sup>); 3) lavagem em solução de HCl (1%) por 1 minuto, e; 4) enxaguadas quatro vezes em água ultra pura. As folhas foram então secas em estufa de circulação forçada a 70°C por três dias e trituradas em um moinho de bolas (4 canister ball mill - Kleco - modelo 4200).

A amostra assim preparada foi subdividida em duas: uma amostra de 0,400 g, foi digerida utilizando-se 5 mL de ácido nítrico concentrado em um bloco digestor (AIM 500-c, AI Scientific, Brisbane, Australia). As concentrações de P, K e Na foram determinadas utilizando-se o ICP-OES. Nitrogênio e C total nas amostras da planta foram determinados por combustão em um analisador de C e N (vario Max CN, Elemental Analysensystem GmbH, Hanau, Germany); outra parte da amostra foi peneirada em malha de 0,85 mm e 1,5 mg e comprimida em cápsulas de estanho e analisadas pelo analisador elementar (Carlo Erba, EA 1110) acoplado em

espectrômetro de massa (Finigan Delta Plus) para análises da composição isotópica do nitrogênio ( $\delta^{15}$ N).

A abundância natural de  $^{15}$ N foi expressa com desvios por mil (‰) de um padrão internacionalmente reconhecido, pela equação:  $\delta = (R_{amostra} - R_{padrão}) / R_{padrão} x$  1000, sendo R é a razão isotópica. O padrão utilizado para o N utilizado foi o  $N_2$  atmosférico.

#### 4.2.4 Amostragem e análise do efluente de esgoto e água

O EET utilizado no estudo foi fornecido pela estação de tratamento de esgoto da cidade Okeechobee-FL que atualmente serve 4.500 pessoas, produzindo aproximadamente 2,83 a 3,21 x 10<sup>6</sup> L dia<sup>-1</sup> de esgoto. O tratamento primário do esgoto remove as partículas pesadas e os materiais flutuáveis. O tratamento secundário é feito por aeração prolongada e a desinfecção feita por cloração. A propriedade agrícola em estudo, atualmente consome 33% do EET produzido por esta estação de tratamento.

Amostras de EET foram coletadas 90 vezes da estação de tratamento de esgoto de 2001 a 2008 e analisadas de acordo com os procedimentos abaixo (Tabela 4.9). Para simples caracterização da água, cinco amostras foram coletadas aleatoriamente nos microaspersores dos talhões irrigados com água em 2008.

#### 4.2.5 Análise estatística

As médias das variáveis das análises de solo e no tecido foliar, foram calculadas. Os erros padrões (±EP) das variáveis do solo foram utilizados para determinar a diferença significativa entre as médias (KOO; ZEKRI, 1989).

Tabela 4.9 - Variáveis e métodos de análise da água e efluente de esgoto tratado

Variável	Método
pH	EPA 150.1 <sup>†</sup>
BOD (5-day @ 20C)	EPA 365.1 <sup>†</sup>
Demanda química de oxigênio	EPA 410.4Z <sup>†</sup>
Condutividade elétrica	SM 2510‡
N-NO <sub>3</sub> , N-NO <sub>2</sub> , PO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ,	EPA 300†
Nitrogênio kjeldahl total	EPA 351.2 <sup>†</sup>
Razão de adsorção por sódio, nitrogênio total	cálculo
P Total	EPA 365.2 <sup>†</sup>
Sólidos suspensos totais	EPA 160.2 <sup>†</sup>
Ag, Ba, B, Ca, Cu, Fe, K, Mn, Na, Zn, Be, Cd, Cr, Mg, Ni, Pb	EPA 200.7†
Ar	EPA 206.2†
Hg	EPA 245.1 <sup>†</sup>
Li	EPA 6010#
Se	EPA 207.2†

†USEPA (1983); ‡APHA (1992); #USEPA (1986)

#### 4.3 Resultados

### 4.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e nutrientes adicionados no solo

O sucesso da irrigação com EET em longo prazo depende da qualidade físicoquímica e biológica do EET. A qualidade do EET foi avaliada de acordo com as seguintes variáveis: pH, SAR, alcalinidade, demanda biológica de oxigênio (DBO), sólidos solúveis totais (SST), N, P, K, Ca, Mg, S, B, Cl, Cu, Fe, Zn e outros elementos, bem como parâmetros biológicos (*Escherichia coli* e Coliformes fecais).

Todas as variáveis avaliadas no EET apresentaram valores superiores quando comparado com à água, porém, todas se situavam abaixo dos limites de referência (Tabela 4.10). Isso indica que o EET possui boa qualidade para o uso agrícola.

De acordo com as concentrações de nutrientes no EET, volume irrigado e densidade das árvores, foram calculadas as quantidades de nutrientes anualmente adicionados ao solo via EET, sendo de 28, 11, 87 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de N, P e K, respectivamente (Tabela 4.11). Os nutrientes adicionados via EET representaram 31, 85 e 78% de N, P e K, respectivamente, do total exportado pela produção de frutos. Isto

indica que o uso de EET pode minimizar o uso de fertilizantes no cultivo de citros. Uma das vantagens da irrigação com EET é a de fornecer nutrientes às plantas em pequenas quantias diariamente, quando a irrigação se faz necessária. A gradual disposição de nutrientes via EET é similar a um "adubo de liberação lenta", prevenindo, deste modo, a perda de nutrientes por lixiviação, escorrimento superficial e volatilização.

Tabela 4.10 - Médias (± erro padrão) dos constituintes avaliados no efluente de esgoto tratado (2001-2008) água, e limites de referência para uso do efluente de esgoto tratado na irrigação

2008) água, e limites de referência para uso do efluente de esgoto tratado na irrigação							
	Unidade	Água EET		ET	Limite para	Referências	
	Officace	Média	±ΕΡ	Média	±ΕΡ	EET	Referencias
рН	-	7,3	0,16	8,1	0,1	6-9	##
RAS†	$mmol^{1/2} L^{-1/2}$	0,88	-	3,7	0,1	7,9	‡¶
Na:Ca††	-	0,24	-	0,99		3	†§
Alkalinity (HCO <sub>3</sub> -)	mg L <sup>-1</sup>	-	-	150,6	3,0	700	‡¶
BOD‡	mg L <sup>-1</sup>	-	-	13,9	3,4	60	##
COD##	mg O <sub>2</sub> /L	-	-	64,4	2,1	200	##
EC§	μS cm <sup>-1</sup>	522,0	26,12	995,0	15,2	2000	†‡
Turbidity	NTU	1,1	0,92	12,75	0,92	50	##
TSS§§	mg L <sup>-1</sup>	-	-	17,5	1,1	50	##
$NO_3^N$	mg L <sup>-1</sup>	0,3	0,20	5,7	0,3	50	##
$NO_2^N$	mg L <sup>-1</sup>	<0,01	<0,01	0,5	0,2	10	‡¶
$NH_4^+$ -N	mg L <sup>-1</sup>	0,14	0,04	1,47	0,2	40	‡¶
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> -P	mg L <sup>-1</sup>	<0,01	<0,01	2,2	0,2	30	##
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> -S	mg L <sup>-1</sup>	2,7	0,03	220,2	5,7	500	##
TKN¶	mg L <sup>-1</sup>	-	-	4,1	0,4	-	-
$TN\P\P$	mg L <sup>-1</sup>	-	-	10,4	0,5	23	‡¶
TP#	mg L <sup>-1</sup>	-	-	2,9	0,2	-	-
Ag	mg L <sup>-1</sup>	-	-	0,01	0,0003	-	-
Ва	mg L <sup>-1</sup>	-	-	0,01	0,0003	2	##
В	mg L <sup>-1</sup>	0,1	<0,01	0,31	0,007	0,75	†§
Ca	mg L <sup>-1</sup>	88,3	2,8	60,6	1,0	120	‡¶
CI	mg L <sup>-1</sup>	28,0	8,08	23,56	14,9	360	#¶
Cu	mg L <sup>-1</sup>	<0,01	<0,01	0,01	0,001	0,2	#†, ##
Fe	mg L <sup>-1</sup>	<0,01	<0,01	0,05	0,004	5	#†, †§, ##
K	mg L <sup>-1</sup>	3,852	0,085	17,1	0,3	40	‡¶
Mn	mg L <sup>-1</sup>	0,005	0,002	0,01	0,0004	0,2	#†, ##
Na	mg L <sup>-1</sup>	23,6	0,06	122,1	2,7	200	##
Zn	mg L <sup>-1</sup>	0,013	<0,01	0,06	0,01	2	#†, †§, ##
As	mg L <sup>-1</sup>	-	-	0,001	0,0001	0,1	#†
Be	mg L <sup>-1</sup>	-	-	0,001	0,0002	0,1	#†
Cd	mg L <sup>-1</sup>	< DL	< DL	0,001	0,0002	0,01	#†, †§
Co	mg L <sup>-1</sup>	<0,01	<0,01	0,01	0,0005	0,05	#†, †§
Cr	mg L <sup>-1</sup>	< DL	< DL	0,016	0,0010	0,1	#†
Hg	mg L <sup>-1</sup>	-	-	<0,001	<0,001	0,001	#†, ##
Li	mg L <sup>-1</sup>	-	-	0,007	0,001	2,5	#†, †§
Mg	mg L <sup>-1</sup>	8,9	0,2	11,1	0,4	50	‡¶
Ni	mg L <sup>-1</sup>	<0,020	<0,020	0,008	0,001	0,2	#†, †§, ##
Pb	mg L <sup>-1</sup>	0,018	0,009	0,043	0,003	5	#†
Se	mg L <sup>-1</sup>	-		0,002	0,0005	0,02	#†, †§
Al	mg L <sup>-1</sup>	1,191	0,364	0,73	0,10	5	#†, †§, ##
E. coli	<i>E. coli</i> 100 mL <sup>-1</sup>	< DL	-	< DL	-	-	-
Total coliforms	colifor. 100 mL <sup>-1</sup>	< DL		< DL	-		<u>-</u>

<sup>(†)</sup> Razão de adsorção de sódio: RAS = [Na²+]/([Ca²+]+[Mg²+]) (†) Relação sódio e cálcio; (†) Demanda bioquímica de oxigênio; (\*†) Demanda química de oxigênio; (\*\*) Demanda química de oxigênio; (\*\*) Condutividade elétrica; (\*\*) Sólidos solúveis totais; (\*\*) Total Kjeldahl Nitrogen; (\*\*) Nitrogênio total; (\*\*) Fósforo total; (\*\*) Fatta et al., (2004); (†\*) James et al., (1982); (†\*) USEPA (2004); (†\*) Feigin; Ravina e Shalhevet, (1991); (\*\*) Reboll et al., (2000), (\*\*) FAO (1992). < DL = menor do que o limite de detecção.

nutrientes exportados pela colheita e fração de nutrientes suprida pelo efluente				
Nutrientes	Concentração no EET	Adição via EET†	Exportado pela colheita‡	Porcentagem suprida pelo EET relativo ao exportado pela colheita
<u> </u>	—_ma_l <sup>-1</sup> ——	ka ha <sup>-1</sup> vr <sup>-1</sup>	—kg ha <sup>-1</sup> ano <sup>-1</sup> —	%

Tabela 4.11 – Adição de nutrientes no solo pela irrigação com efluente de esgoto tratado, quantidade de

natherites exportados pela comerta e mação de natherites suprida pelo endente					
Nutrientes	Concentração no EET	Adição via EET†	Exportado pela colheita‡	Porcentagem suprida pelo EET relativo ao exportado pela colheita	
	mg L <sup>-1</sup>	—kg ha <sup>-1</sup> yr <sup>-1</sup> —	—kg ha <sup>-1</sup> ano <sup>-1</sup> —	%	
N	5,49	28,49	93,28	31	
Р	2,14	11,11	13,11	85	
K	16.8	87.19	111.79	78	

<sup>†</sup> Considerando-se 20.759,42 L árvore 1 ano 1 irrigado com efluente de esgoto e 250 árvores ha 1.

#### 4.3.2 Fertilidade do Solo

De forma geral, a irrigação com o EET aumentou a CE, as concentrações de Na, C, N, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N, NO<sub>3</sub>-N, P, razão C:N, e a RAS no solo (Figura 4.30), apresentando ainda o aumento da fertilidade do solo, se comparada ao talhão irrigado com água. Não foram encontradas diferenças significativas entre os talhões para as concentrações de K e F (Figura 4.30).

O pH do solo determinado em água não foi significativamente afetado pela irrigação com EET quando comparado com o irrigado por água, exceto na camada 30-45 cm. Contudo, quando determinado em CaCl<sub>2</sub> reduziu em 0,4 a 0,7 unidade, considerando todas as profundidades amostradas (Figura 4.30).

As concentrações de Na aumentaram significativamente no solo irrigado com EET em comparação com o solo irrigado com água. O Na trocável aumentou aproximadamente quatro vezes nas camadas de 0-15 cm e 15-30 cm do solo irrigado com EET. A CE e RAS também foram influenciadas pela irrigação com EET, apresentando maiores valores em todas as profundidades (Figura 4.30). Os valores da CE do solo irrigado com água variaram próximo a 150 µS cm<sup>-1</sup>. Já no solo irrigado com EET os valores de ficaram ao redor de 350 µS cm<sup>-1</sup>. Os valores de RAS no solo tratado com EET variaram entre, 2 e 4 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup>, já no solo irrigado com água os valores foram inferiores a 1 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup> considerando-se o perfil analisado.

<sup>‡</sup> Considerando-se uma produtividade de 1.700 caixas ha<sup>-1</sup> e a quantidade total de N, P e K removido anualmente pela colheita em: 54,88; 7,71 e 65,77 g caixa<sup>-1</sup>, respectivamente (Obreza e Morgan, 2008).

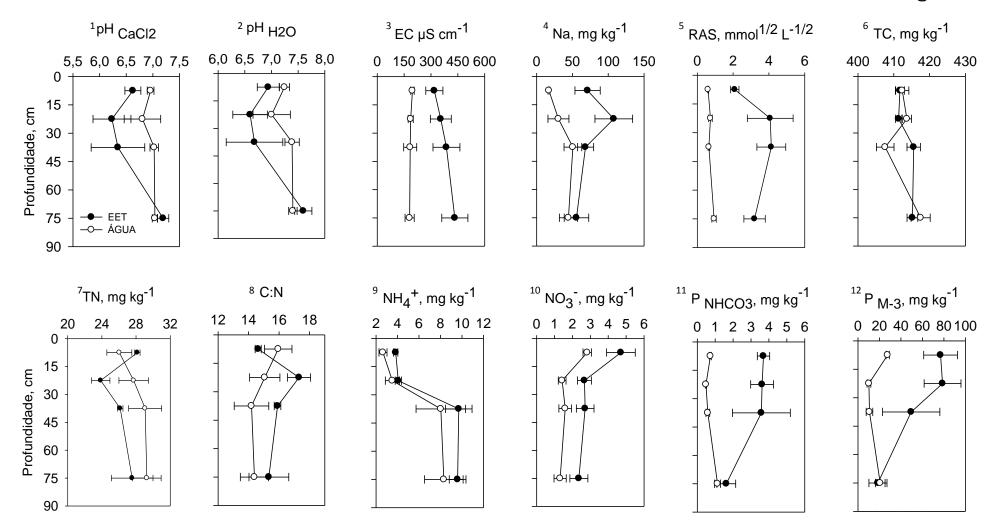


Figura – 4.30 - Médias (± erro padrão) das variáveis analisadas no perfil do solo irrigado com efluente de esgoto tratado e água

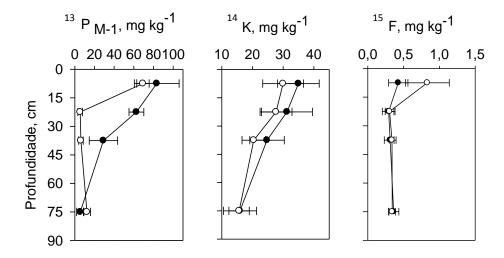


Figura – 4.30 - Médias (± erro padrão) das variáveis analisadas no perfil do solo irrigado com efluente de esgoto tratado e água

pH determinado em (1)CaCl<sub>2</sub> e (2)água;

A concentração de C total no solo do talhão irrigado com EET aumentou discretamente na profundidade de 30-45 cm, mas não foi encontrada diferença significativa nas demais camadas. Contudo, a concentração de N total diferiu em todas as camadas do solo, exceto na mais profunda. Os talhões irrigados com EET apresentaram maior concentração de N total em superfície (0 a 15 cm) e menor em sub-superfície (15-30 e 30-45 cm) (Figura 4.30).

A concentração de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N na profundidade de 0-15 cm foi superior para o solo irrigado com EET quando comparado com aquele irrigado com água. O NO<sub>3</sub>-N disponível foi maior em todas as camadas analisadas. Considerando todo o perfil do solo analisado, as concentrações de NH<sub>4</sub>+-N e NO<sub>3</sub>-N foram de 21% e 76%,

<sup>(3)</sup>Condutividade elétrica;

<sup>(4)</sup> Na extraído por Mehlich-3;

<sup>&</sup>lt;sup>(5)</sup>Razão de adsorção por sódio =  $[Na^{2+}]/([Ca^{2+}]+[Mg^{2+}])^{1/2}$  (Na, Ca e Mg foram extraídos pelo método da pasta de saturação); (6) Carbono total;

<sup>(7)</sup>Nitrogênio total;

<sup>(8)</sup> Relação C:N; (9) N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e (10) N-NO<sub>3</sub> - extraídos por KCl; (11) P extraído por NHCO<sub>3</sub>; (12) Mehlich-3 and (13) Mehlich-1;

<sup>(14)</sup>K extraído por Mehlich-3;

<sup>(15)</sup>F – extraído por água (pasta de saturação).

respectivamente, maiores no solo irrigado com EET se comparado com a água (Figura 4.30).

A relação C:N foi afetada pela irrigação com EET em todas as profundidades, exceto na camada 45-90 cm (Figura 4.30). Os valores da relação C:N variaram entre 14:1 e 15:1 em todo o perfil do solo. Na camada superficial, a relação C:N foi inferior no solo irrigado por EET, quando comparado com o solo irrigado com água, e superior em sub-superfície. A tendência inversa em todo o perfil foi observada para o solo irrigado com água.

Neste estudo, diferentes métodos de extração (NaHCO<sub>3</sub>, M-3 e M-1) foram utilizados para avaliar o P disponível no solo. O solo irrigado com EET apresentou concentração de P disponível superior para todos os métodos de extração (Figura 4.30). Considerando os extratores NaHCO<sub>3</sub>- e M-1, a 0-15, 15-30 e 30-45 cm de profundidade, a concentração de P aumentou quatro vezes e o P disponível extraído por solução M-3, nas camadas de 15-30 e 30-45 cm, aumentou cinco vezes no talhão irrigado com EET (Figura 4.30).

#### 4.3.3 Nutrição da planta

Houve um aumento significativo na concentração de N foliar das plantas irrigadas com EET (24.1±0.1 g kg<sup>-1</sup>) em relação a água (23.4±0.4 g kg<sup>-1</sup>). A composição isotópica δ<sup>15</sup>N do tecido foliar das plantas irrigadas com EET também demonstrou um leve aumento (4.1±0.3‰) quando comparado com o das plantas irrigadas com água (2.2±0.1‰). A concentração de K foliar diminuiu 19%, enquanto que o Na foliar aumentou em 195% após a irrigação com EET (Figura 4.31). Não foi encontrada diferença significativa na concentração de P foliar entre as diferentes fontes de água (Figura 4.31).

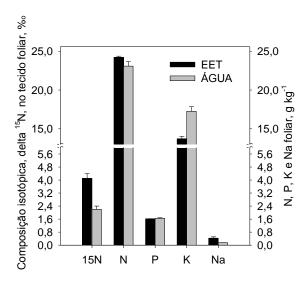


Figura 4.31 - Médias (± erro padrão) da composição isotópica δ<sup>15</sup>N (‰), e as concentrações de N, P, K e Na (g kg<sup>-1</sup>) no tecido foliar de pomeleiros irrigados com efluente de esgoto tratado e água

#### 4.4 Discussão

#### 4.4.1 Fertilidade do solo

A redução do pH proporcionado pela irrigação com EET foi mais evidente na solução CaCl<sub>2</sub> do que na água. A determinação do pH em solução CaCl<sub>2</sub> (0,01 mol L<sup>-1</sup>) possui o efeito do eletrólito de fundo o que minimiza as variações causadas por sais contidos no solo (BRADY; WEIL, 2008), bem como os efeitos sazonais causados pelas diferentes condições da umidade do solo durante o ano (THOMAS, 1996). A eliminação das variações proporcionadas pelo CaCl<sub>2</sub> reduziu o erro padrão, assim, resultando nas diferenças de pH entre as duas áreas irrigadas. Portanto, é mais apropriado utilizar a solução CaCl<sub>2</sub> ao invés de água na determinação do pH do solo irrigado com EET. A média do pH<sub>CaCl2</sub> em todo o perfil do solo tratado com água foi em torno de 7,0, e de 6,5 foi para o solo irrigado com EET.

De acordo com Obreza e Morgan (2008), algumas deficiências nutricionais dos citros podem ser evitadas se o pH  $_{CaCl2}$  estiver entre 6,0 and 6,5, sendo esta a faixa ideal para proporcionar o aumento da disponibilidade de nutrientes. Desta forma, a irrigação com EET pode ser benéfica, por reduzir o pH de solos alcalinos (pH $_{CaCl2} > 7,0$ ) e, consequentemente, aumentando a disponibilidade de nutrientes no solo, especialmente os micronutrientes.

A mesma tendência de redução do pH foi observada em estudos prévios (MORIKAWA; SAIGUSA, 2003; SLATON; NORMAN; GILMOUR, 2001). Rattan et al. (2005) observaram, que após 20 anos de irrigação com EET, houve um decréscimo de 0,4 unidade de pH no solo. Este decréscimo no pH do solo pode ser atribuída a diversos fatores: i) aumento do sal contido no solo, assim como NaCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ou Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (THOMAS, 1996); ii) tipicamente 80% do total de N no EET é NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N (FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991), sendo que a absorção de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> pelas plantas resulta na liberação de H<sup>+</sup> para compensar o balanço de carga na planta; iii) nitrificação de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> do EET pode também contribuir com H<sup>+</sup> no solo após a nitrificação; e iv) a decomposição da liteira (BRADY; WEIL, 2008) estimulada pelo aumento da concentração do N mineral na superfície do solo após a irrigação com EET.

A alta concentração de Na no EET é atribuída a grande quantidade de detergente usado em lavanderia e na cozinha que são descartados no esgoto urbano. A concentração de Na foi mais alta nas duas camadas superficiais (0-15 e 15-30 cm) provavelmente devido a retenção do Na no complexo de troca. As concentrações de Na analisadas no solo foram de 70±17 e 110±26 mg kg<sup>-1</sup> para os talhões irrigados com água e EET, respectivamente. O aumento da concentração de Na no solo como consequência da irrigação com EET é um processo bastante comum e já discutido (LEAL et al., 2009b; BIGGS; JIANG, 2009; SAMARAS; TSADILAS; TSIALTAS, 2009; FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991), devendo ser avaliado juntamente com outras propriedades do solo, tais como pH, CE e RAS. Deste modo, é possível se identificar o risco potencial de salinização do solo e de toxicidade da planta ocasionada pela elevação de Na no complexo de troca.

A razão de adsorção de sódio aumentou com a irrigação com EET, sendo menor na camada superficial do solo (0-15 cm). O aumento da RAS certamente foi decorrente do acréscimo de Na via EET. Os menores valores de RAS foram observados na superfície do solo, provavelmente, devido a maior quantidade de cargas negativas providas pela matéria orgânica em superfície. A CE e o RAS são frequentemente utilizadas para classificar solos salinos e devem ser consideradas conjuntamente com o pH. Apesar destas três variáveis terem sido alteradas devido a irrigação de longo prazo com EET, ainda, estão dentro da variação normal para a produção agrícola e, desta

forma, não se espera qualquer redução no crescimento e produção dos citros. No geral, se o pH do solo estiver abaixo de 8,5 e a CE abaixo de 4.000  $\mu$ S cm<sup>-1</sup> com a RAS abaixo de 13 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup>, o solo é considerado um solo normal para agricultura (BRADY; WEIL, 2008). Neste estudo, todos os valores de pH foram menores que 7,6 (pH<sub>CaCl2</sub> e pH<sub>H2O</sub>), o EC foi menor que 450  $\mu$ S cm<sup>-1</sup>, e o RAS menor que 4,5 mmol<sup>1/2</sup> L<sup>-1/2</sup> no solo irrigado com EET por mais de onze anos. Geralmente, a redução no crescimento e na produção dos citros ocorrem somente em CE acima de 1.400  $\mu$ S cm<sup>-1</sup> (AL-YASSIN, 2004). Portanto, mesmo após longo período de irrigação com EET, o risco de salinização do solo foi mínimo.

O aumento de N total na superfície do solo dos talhões irrigados com EET pode estar associado ao crescimento da massa microbiana, estimulada por substâncias orgânicas e pelo N mineral adicionado via EET. Esta hipótese é evidenciada pela menor relação C/N na superfície do solo irrigado com EET se comparado com o irrigado com água. Houve ainda uma maior concentração de NO<sub>3</sub><sup>-</sup> e NH<sub>4</sub><sup>+</sup> no solo irrigado com EET devido a adição de N via EET. Esses resultados indicam que a irrigação com EET eleva a concentração de N total em superfície e ainda disponibiliza NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e NO<sub>3</sub><sup>-</sup> às plantas. O aumento da disponibilidade de N na forma nítrica e amoniacal é também um fato positivo. Conforme Malavolta (2006), para melhor nutrição da planta, é preferível que o N seja fornecido nestas duas formas.

A elevação da concentração de N no solo após a irrigação com EET no cultivo de citros, e outras culturas também foi reportada em estudos prévios (ZEKRI; KOO, 1994; PARSONS; WHEATON, 1996; PARSONS; WHEATON; CASTLE, 2001; FONSECA et al., 2007; PEDRERO; ALARCÓN, 2009). Aproximadamente 65% do N necessário na produção de citros pode ser fornecido pela irrigação com EET de acordo com Davies e Maurer (1993).

O aumento da concentração de N, pode ter proporcionado maior desenvolvimento das plantas, incluindo o crescimento da raiz e consequentemente, com sua decomposição, aumentando a concentração de C orgânico na camada 30-45 cm. Em terras cultivadas com espécies florestais, Walker e Lin (2008) encontraram aumento de aproximadamente 1,5% na concentração de C em sub-superfície após 40 anos de irrigação com EET. Após cinco anos de irrigação com EET, em campo de golfe,

Qian e Mecham (2005) observaram aumento de 1,49% no teor de C no solo de um campo de golfe após cinco anos de irrigação com EET. Eles atribuíram tal fato a maior produção de raízes.

Uma tendência inversa foi observada na relação C:N. Na superfície do solo (0-15 cm) a relação C:N foi menor, provavelmente, devido à maior concentração de N total. Por outro, lado nas profundidades de 15-30 cm e 30-45 cm, a relação C:N foi maior, talvez, devido a maior produção de raízes, o que aumentou a concentração de C, além da menor concentração de N total. No entanto, estas observações não demonstraram qualquer impacto negativo na fertilidade do solo. Os valores da relação C:N alcançaram de 14:1 a 15:1 em todo o perfil do solo. Conforme Brady e Weil (2008) a relação C:N nos solos varia entre 8:1 e 15:1 com uma média de 12:1 para a maioria das superfícies dos solos agrícolas.

O fósforo é geralmente adicionado ao esgoto através de detergentes domésticos, resultando em altas concentrações no EET. De acordo com os valores de interpretações da fertilidade do solo no Estado da Flórida, concentrações de P extraído por M-1 e M-3 no solo acima de 60 e 56 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente, são consideradas como muito altas (OBREZA; MORGAN, 2008). Contudo, resalta-se que excessivas concentrações de P no solo pode ocasionar a indisponibilidade de outros nutrientes.

Os resultados do presente estudo indicam que EET é uma fonte parcial de P, sendo que a quantidade de P no EET deve ser levado em conta no programa de adubação. Somando-se a isso, o EET também contribuiu para a redução do pH do solo, o que pode aumentar a disponibilidade de P. Raij (2004) estimou que para cada unidade reduzida do pH há um aumento da concentração de P, principalmente fosfatos de Ca, em dez vezes na solução do solo. Quian e Mechan (2005) concluíram que a concentração de P foi 30% maior após 33 anos de irrigação com EET em um campo de golfe. Esta descoberta enfatiza a importância da irrigação com EET, uma vez que as reservas mundiais de P têm uma capacidade de suprimento para 90-130 anos (VLEK; KÜHNE; DENICH, 1997). Desta forma, a irrigação com EET pode proporcionar a reciclagem de P bem como aumentar seu estoque no solo.

#### 4.4.2 Nutrição da planta

Apesar das elevadas concentrações de P disponível no solo irrigado por EET, não foi encontrada uma tendência similar na concentração deste elemento no tecido foliar. Isto talvez esteja relacionado com a transformação das formas disponíveis de P em complexos menos solúveis. Além disto, a concentração pico de P lábil adicionada pela irrigação de EET ocorre imediatamente após a adição de P solúvel ao solo, diminuindo em poucas horas (FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991). Contudo, a concentração de P no tecido foliar encontrava-se em um nível ideal (0,12 – 0,16%) nos dois talhões estudados (OBREZA; MORGAN, 2008).

O nitrogênio no tecido foliar foi comparado com os padrões para interpretação de análise foliar de citros no Estado da Florida (OBREZA; MORGAN, 2008) e os dois talhões estão dentro da faixa considerada baixa de N no tecido foliar (2,2 – 2,4%). Entretanto, as plantas irrigadas com EET demonstraram uma concentração de N foliar (24,1±0,1 g kg<sup>-1</sup>) mais próxima a faixa ideal (2,5-2,7%), em comparação com àquelas irrigadas com água (23,4±0,4 g kg<sup>-1</sup>). A adição de N no solo através da irrigação com EET, seguida pelo aumento da concentração de N no tecido foliar é uma consequência bem conhecida e discutida (BARTON et al., 2005; DAVIES; MAURER, 1993, FATTA et al. 2004, RUSAN; HINNAWI; ROUSAN, 2007). A quantidade anual de N suprida pelo EET, nas formas de NO<sub>3</sub>-N e NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N, representou 31% da quantia total removida pela colheita.

Além da adição de N provido pelo EET, foi observado o aumento da abundância natural do nitrogênio no tecido foliar. A modificação na abundância de N nas plantas irrigadas com EET foi constatada por Jordan et al., (1997). Segundo estes autores, o EET é enriquecido em 13-25‰ de  $\delta^{15}$ N‰ relativamente à vegetação, como consequência enriquecendo com  $^{15}$ N o solo e plantas.

A irrigação com EET em longo prazo diminuiu significantemente a concentração de K no tecido foliar. Estudos prévios mostraram influências diferentes do EET na concentração de K foliar; inalterado (KOO; ZEKRI, 1989; ZEKRI; KOO, 1990; PEDRERO; ALARCÓN, 2009), aumento (MORGAN et al., 2008, MAURER; DAVIES, 1993) e diminuição (MAURER; DAVIES, 1993). O desequilíbrio nutricional entre Na e K era esperado (AL-YASSIN, 2004). A diminuição da concentração de K no tecido foliar

das plantas irrigadas com EET, provavelmente, está relacionada com a substituição de K por Na devido ao elevado nível de Na introduzido via irrigação com EET. Entretanto, independentemente da fonte de irrigação, EET ou água, a concentração de K no tecido da foliar estava dentro da faixa ideal (12 a 17 g kg<sup>-1</sup>) de acordo com os limites de interpretação (OBREZA; MORGAN, 2008).

De forma geral, os citros são sensíveis à salinidade (FAO, 1992; AL-YASSIN, 2004) e este estudo mostrou um aumento expressivo de Na no tecido foliar como resultado da irrigação com EET. Estes resultados concordam com estudos prévios realizados com outras culturas, como cana-de-açúcar (LEAL, 2009a), milho (FONSECA; MELFI; MONTES, 2005) e citros (KOO; ZEKRI, 1989; MAURER; DAVIES, 1993; MAURER; DAVIES; GRAETZ, 1995). Marschner (1995) discute que espécies natrofóbicas, com baixa tolerância ao sal, não podem prevenir o transporte massivo de Na<sup>+</sup> para à parte aérea devido à estrutura fina dos cloroplastos. Isto pode estimular o processo de substituição pelo K. O Na é essencial para as plantas halófitas e benéfico para não halófitas. Junto ao K, o Na pode melhorar o equilíbrio osmótico nas plantas, via regulação dos estômatos, quando o fornecimento de água é limitado (MARSCHNER, 1995). Contudo, a substituição de altas proporções de Na por K em nível celular pode afetar em particular a atividade das enzimas responsivas ao K (MARSCHNER, 1995).

Altas concentrações de Na nas folhas são definidas entre 1,5 a 2,5 g kg<sup>-1</sup> (OBREZA; MORGAN, 2008), o nível tóxico está em torno de 2,7 g kg<sup>-1</sup> e as folhas começam a cair com 8,0 g kg<sup>-1</sup> de Na (SMITH, 1962). Os resultados obtidos estão abaixo desta faixa (0,432±0,07 g kg<sup>-1</sup>), e portanto, não se esperam efeitos adversos no crescimento das plantas ou produção após a irrigação com EET. A ausência de impactos negativos depende da qualidade do EET e do efeito da lixiviação do Na pela água da chuva. De acordo com Chesworth (2008), uma precipitação anual de 400 mm é suficiente para lixiviar 80% dos sais da superfície de um solo de textura média. A média de precipitação anual do estado da Flórida entres os anos de 1895 a 2008 foi de 1372 mm (NCDC, 2009), o que é suficiente para lixiviar parte do Na, minimizando com isso, os riscos da salinização do solo e prejuízos à planta.

#### 4.5 Conclusões

As características físico-químicas e biológicas do EET utilizado neste estudo são apropriadas para irrigação de longo prazo no cultivo dos citros.

A irrigação com água pode ser substituída pelo EET, pois, após onze anos de irrigação com EET esgoto houve melhoria na fertilidade do solo e na nutrição da planta.

A irrigação com EET eleva significativamente a concentração de N no solo e na planta.

Em um solo como valores de  $pH_{CaCl2}$  elevado (> 7,0), a irrigação com EET diminuiu sensivelmente este valor, trazendo-o para uma faixa mais favorável à disponibilização de nutrientes às plantas.

Após onze anos de irrigação com EET a concentração de K planta diminui, por outro lado, a concentração de Na se eleva, tanto no solo quanto na planta. Entretanto, essa substituição não afeta a nutrição de pomeleiros irrigados com EET.

Os riscos de salinização do solo e de prejuízos à nutrição da planta, após onze anos de irrigação, são mínimos em função da boa qualidade do esgoto e da precipitação anual no local do estudo.

#### Referências

AL-YASSIN, A. Influence of salinity on Citrus: a review paper. **Journal of Central European Agriculture**, Zagreb, v. 5, p. 263–272, 2004.

American Public Health Association. (APHA). **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 18th ed. Washington: APHA, 1992. p. 4.38-5.23.

BARTON, L.; SCHIPPER, L.A.; BARKLE, G.F.; MCLEOD, M.; SPEIR, T.W.; TAYLOR, M.D.; MCGILL, A.C.; van SCHAIK, A.P.; FITZGERALD, N.B.; PANDEY, S.P. Land application of domestic effluent onto four soil types: plant uptake and nutrient leaching. **Journal of Environmental Quality**, Madison, v. 34, p. 635–644, 2005.

BIGGS, T.W.; JIANG, B. Soil salinity and exchangeable cations in a wastewater irrigated area, India. Journal of Environmental Quality, Madison, v. 38, p. 887-896, 2009.

BRADY, N.C.; WEIL, R.R. **The Nature and Properties of Soils**. 13<sup>th</sup> ed. Columbus: Prentice Hall, 2008. 965 p.

CHESWORTH, W. **Encyclopedia of Soil Science.** New York: Springer Dordrecht, 2008, 906 p.

DAILY, G.C.; DASGUPTA, P.; BOLIN, B.; CROSSON, P.; DU GUERNY, J.; EHRLICH, P.; FOLKE, C.; JANSSON, A.M.; JANSSON, B.O.; KAUTSKY, N.; KINZIG, A.; LEVIN, S.; MÄLER, K.G.; PINSTRUP-ANDERSEN, P.; SINISCALCO, D.; WALKER, B. Policy forum: Global food supply - Food production, population growth, and the environment. **Science**, Washington, v. 281, p. 1291-1292, 1998.

DAVIES, F.S.; MAURER, M.A. Reclaimed wastewater for irrigation of citrus in Florida. **HortTechnology**, Alexandria, v. 3, p. 163-167, 1993.

FATTA, D.; SALEM, Z.; MOUNTADAR, M.; ASSOBHEI, O.; LOIZIDOU, M. Urban wastewater treatment and reclamation for agricultural irrigation: The situation in Morocco and Palestine. **The Environmentalist**, New York, v. 24, p. 227-236, 2004.

FEIGIN A.; RAVINA, I.; SHALHEVET, J. Irrigation with treated sewage effluent. Management for environmental protection. Springler-Verlag, Berlin, 1991. 223 p.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **The state of food insecurity in the world 2004:** monitoring progress towards the World Food Summit and Millennium Development Goals. Rome: FAO, 2004. 40 p.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **Wastewater treatment and use in agriculture**. Rome, 1992. (FAO irrigation and drainage paper 47)

- FONSECA, A.F.; MELFI, A.J.; MONTES, C.R. Maize growth and changes in soil fertility after irrigation with treated sewage effluent. I. Plant dry matter yield and soil nitrogen and phosphorus availability. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philadelphia, v. 36, p. 1965-1981, 2005.
- FONSECA, A.F.; MELFI. A.J.; MONTEIRO, F.A.; MONTES, C.R.; ALMEIDA, V.V., HERPIN, U. Treated sewage effluent as a source of water and nitrogen for Tifton 85 bermudagrass. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 87, p. 328-336, 2007.
- GORHAM, J. Sodium, In: BARKER, A.V.; PILBEAM, D.J. (Ed.). **Handbook of Plant Nutrition.** Boca Raton: CRC-Press, 2007. p. 569-584.
- JAMES, D.; HANKS, R.; JURINAK, J. **Modern Irrigated Soils**. Chichester: John Wiley, 1982. 235 p.
- JORDAN, M.J.; NADELHOFFER, K.J.; FRY, B. Nitrogen cycling in forest and grass Ecosystems irrigated with <sup>15</sup>N-enriched wastewater. **Ecological Applications**, Washington, v. 7, n. 3, p. 864-88, 1997.
- KALAVROUZIOTIS, I.K.; ROBOLAS, P.; KOUKOULAKIS, P.H.; PAPADOPOU, A.H. Effects of municipal reclaimed wastewater on the macro- and micro-elements status of soil and of Brassica oleracea var. Italica, and B. oleracea var. Gemmifera. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 95, p. 419-426, 2008.
- KOO, R.C.J.; ZEKRI, M. Citrus irrigation with reclaimed municipal wastewater. **Proceedings of the Florida State Horticultual Society**, Winter Haven, v. 102, p. 52-56, 1989.
- KUO, S. PHOSPHORUS. In: SPARKS, D.L. Editor, **Methods of Soil Analysis**. Madison: SSSA-ASA, 1996. pt. 3, Chemical Methods. p. 869-920.
- LEAL, R.M.P.; FIRME, L.P.; MONTES, C.R.; MELFI, A.J.; PIEDADE, S.M.S. Soil exchangeable cations, sugarcane production and nutrient uptake after wastewater irrigation. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 66, p. 242-249, 2009a.
- LEAL, R.M.P.; HERPIN, U.; FONSECA, A.F.; FIRME, L.P.; MONTES, C.R.; MELFI, A.J. Sodicity and salinity in a Brazilian Oxisol cultivated with sugarcane irrigated with wastewater. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 96, p. 307-316, 2009b.
- LEWIS, D.; LIUDAHL, K.; NOBLE, C.; CARTER, L. **Soil Survey of Okeechobee County, Florida**. Gainesville: USDA/NRCS in cooperation with University of Florida Agricultural Experiment Stations, 2003. 137 p.
- LUBELLO, C.; GORI, R.; NICESE, F.P.; FERRINI, F. Municipal-treated wastewater reuse for plant nurseries irrigation. **Water Research**, Oxford, v. 38, p. 2939-2947, 2004.

MALAVOLTA, E. **Manual de nutrição de plantas**. São Paulo: Agronômica. Ceres, 2006. 638p.

MARSCHNER, H. **Mineral nutrition of higher plants**. London: Academic Press, 1995. 889 p.

MAURER, M.A.; DAVIES, F.S. Microsprinkler irrigation of young 'Redblush' grapefruit trees using reclaimed water. **HortScience**, Alexandria, v. 28, p. 1157-1161, 1993.

MAURER, M.A.; DAVIES, F.S.; GRAETZ, D.A. Reclaimed wastewater irrigation and fertilization of mature "Redblush" grapefruit trees. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, Greensboro, v. 120, p. 394-402, 1995.

MEHLICH, A. Mehlich 3 soil extractant: A modification of Mehlich 2 extractant. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 15, p. 1409-1416, 1984.

MORGAN, K.T.; WHEATON, T.A.; PARSONS, L.R.; CASTLE, W.S. Effects of Reclaimed Municipal Waste Water on Horticultural Characteristics, Fruit Quality, and Soil and Leaf Mineral Concentration of Citrus. **HortScience**, Alexandria. 43, p. 459-464, 2008.

MORIKAWA, C.K.; SAIGUSA, M. Effect of Continuous Application of Low-Acidulent Fertilizer on Acidification of an Andisol and Plant Growth. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Philadelphia, v. 34, p. 607–618, 2003.

MULVANEY, R.L. Nitrogen-inorganic forms. In: SPARKS, D.L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis.** Madison: SSSA-ASA, 1996. pt 3: Chemical Methods. p. 1123–1184.

NATIONAL CLIMATIC DATA CENTER (NOAA). **Satellite and Information Service**. Disponível em: http://climvis.ncdc.noaa.gov/cgi-bin/cag3/hr-display3.pl. Acesso em: 20 Nov. 2009.

OBREZA, T.; MORGAN, K.T. **Nutrition of Florida Citrus Trees.** Gainesville: University of Florida, IFAS SL, 2008. 253 p.

OKI, T.; KANAE, S. Global Hydrological Cycles and World Water Resources. **Science**, Washington, v. 313, p. 1068-1072, 2006.

OLSEN, S.R.; KHASAWNEH, R.E. Use and limitations of physical-chemical criteria for assessing the status of phosphorus in soils. In: STELLY, M. (Ed.). **The role of phosphorus in agriculture**. Madison: American Society of Agronomy, 1980. p. 364-410

PALACIOS-DÍAZ, M.P.; GRIMÓN, V.M.; VERA, J.R.F.; RODRÍGUEZ, F.R.; JUNCO, M.T.T.; MORENO, J.M.H. Subsurface drip irrigation and reclaimed water quality effects

on phosphorus and salinity distribution and forage production. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 96, p. 1659-1666, 2009.

PARSONS, L.R.; WHEATON, T.A. Florida citrus irrigation with municipal reclaimed water. **Proceeding International Society of Citriculture**, Orlando, v. 2, p. 692–695, 1996.

PARSONS, L.R.; WHEATON, T.A.; CASTLE, W.S. High application rates of reclaimed water benefit citrus tree growth and fruit production. **HortScience**, Alexandria, v. 36, p. 1273-1277, 2001.

PENNOCK, D.; YATES, T.; BRAIDEK, J. Soil sampling designs. In: PATTERSON, G.T.; CARTER, M.T. (Ed.). **Soil sampling and methods of analysis.** Canadian Society of Soil Science. London: Taylor & Francis, 2008. p. 345-380.

PEDRERO F.; ALARCÓN, J.J. Effects of treated wastewater irrigation on lemon trees. **Desalination**, Amsterdam, v. 246, p. 631-639, 2009.

QIAN, Y.L.; MECHAM, B. Long term effects of recycled wastewater irrigation on soil chemical properties on golf course fairways. **Agronomy Journal**, Madison, v. 97, p. 717-721, 2005.

RAIJ, B. van. Fósforo no solo e interação com outros elementos. In: YAMADA, T.; ABDALLA, S.R.S. (Ed.) **Fósforo na agricultura brasileira.** Piracicaba: Potafos, 2004. p. 106-114.

RATTAN, R.K.; DATTA, S.P.; CHHONKAR, P.K.; SURIBABU, K.; SINGH, A. K. Longterm impact of irrigation with sewage effluents on heavy metal content in soils, crops and groundwater: a case study. **Agriculture, Ecosystems & Environment**, Amsterdam, v. 109, p. 310-322, 2005.

REBOLL, V.; CEREZO, M.; ROIG, A.; FLORS, V.; LAPENA, L.; GARCIA-AGUSTIN, P. Influence of wastewater vs groundwater on young citrus trees. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 80, p. 1441–1446, 2000.

REED, S.T.; MARTENS, D.C. Copper and Zinc. In: SPARKS, D.L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis**. Madison: SSSA-ASA, 1996. pt 3: Chemical Methods. p. 703–722.

RHOADES, J.D. Salinity: Electrical conductivity and total dissolved solids. In: SPARKS, D.L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis.** Madison: SSSA-ASA, 1996. pt 3: Chemical Methods. p. 417–435.

RICHARDS, L.A. **Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils.** Washington: US Salinity Laboratory Staff. Agricultural Department, 1954. 160 p. (Handbook 60).

- RUSAN, M.J.M.; HINNAWI, S.; ROUSAN, L. Long term effect of wastewater irrigation of forage crops on soil and plant quality parameters. **Desalination**, Amsterdam, v. 215, p. 143-152, 2007.
- SAMARAS, V.; TSADILAS, C.D.; TSIALTAS, J.T. Use of Treated Wastewater as Fertilization and Irrigation Amendmentin Pot-grown Processing Tomatoes. **Journal of Plant Nutrition**, Philadelphia, v. 32, p. 741-754, 2009.
- SLATON, N.A.; NORMAN, R.J.; GILMOUR, J.T. Oxidation Rates of Commercial Elemental Sulfur Products Applied to an Alkaline Silt Loam from Arkansas. **Soil Science Society of America Journal,** Madison, v. 65, p. 239–243, 2001.
- SMITH, P.F. A case of sodium toxicity in citrus. **Proceedings of the Florida State Horticultural Society**, Winter Haven, v. 75, p. 120-124, 1962.
- THOMAS, G.W. Soil pH and Soil acidity. In Sparks, D.L. (Ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: SSSA-ASA, 1996. pt 3. Chemical Methods. p. 475-490.
- TOZE, S. Reuse of effluent water-benefits and risks. **Agricultural Water Management,** Amsterdam, v. 80, p. 147–159, 2006.
- United Nations. **Sustainable Development United Nations Conference on Environmental and Development**. Agenda 21. Rio de Janeiro: UN, 1992. 351 p.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **Guidelines for water reuse**. EPA/625/R-04/108. Washington: USEPA, 2004. 286 p.
- U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). **Methods for the chemical analysis of water and waste.** EPA-600/4-79-020. Washington: USEPA, 1983. 430 2.5 p.
- U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). **Test methods for evaluating solid waste**. Vol. IA: Laboratory manual physical/chemical methods, SW 846. Washington: USEPA, 1995.
- U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). **Test methods for the evaluation of solid waste:** laboratory manual physical chemical methods: method 6010: inductively coupled plasma emission spectroscopy, v. 2A. Washington: USEPA, 1986.
- UNITED NATIONS. Sustainable Development United Nations Conference on Environmental and Development. Agenda 21. Rio de Janeiro: UN, 1992. 351p.
- VLEK,P.L.G.; KÜHNE, R.F.; DENICH, M. Nutrient resources for crop production in the tropics. **Philosophical Transactions of the Royal Society B**, London, v. 352, p. 975-985, 1997.

- WALKER, C.; LIN, H.S. Soil property changes after four decades of wastewater irrigation: A landscape perspective. **Catena**, Amsterdam, v. 73, p. 63-74, 2008.
- WOLT, J.D. Obtaining soil solution: laboratory methods. In: WOLT, J.D. **Soil solution chemistry: applications to environmental science and agriculture.** New York: John Wiley, 1994. p. 95-120.
- ZEKRI, M.; KOO, R.C.J. Effects of reclaimed wastewater on leaf and soil mineral composition and fruit quality of Citrus. **Proceedings of the Florida State Horticultural Society**, Winter Haven, v. 103, p. 38-41, 1990.
- ZEKRI, M.; KOO, R.C.J. Treated municipal wastewater for citrus irrigation. **Journal of Plant Physiology**, Stuttgart, v. 17, p. 693–708, 1994.

# 5 IRRIGAÇÃO DE LONGO PRAZO COM EFLUENTE DE ESGOTO TRATADO E OS EFEITOS NA FERTILIDADE DO SOLO E NA NUTRIÇÃO DE POMELEIROS — Ca, Mg, S MICRONUTRIENTES E METAIS PESADOS

#### Resumo

A utilização de efluente de esgoto tratado (EET) na agricultura pode auxiliar na preservação dos recursos hídricos e reduzir os custos da produção agrícola. Com este estudo objetivou-se: i) determinar as concentrações de Ca, Mg, S, micronutrientes e metais pesados no EET, no solo e no tecido foliar de pomeleiros após 11 anos de irrigação com EET (1997-2008), e; ii) avaliar os potenciais impactos da irrigação com EET, no longo prazo, sobre a disponibilidade de Ca, Mg, S, micronutrientes e o acúmulo de metais pesados no sistema solo-planta. Em um pomar comercial de pomelos [(Citrus paradise Macf.) sobre (Citrus aurantium L.)] foram coletadas amostras de solo e folhas, de um talhão irrigado com EET e outro água. Estas amostras foram analisadas e as médias comparadas entre si. No solo foram analisados; Ca, Mg, Mn, Mo, Cu, Fe, Al, Cd, Cr, Ni, Pb e Zn (Mehlich-3), B (água quente) e SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (pasta de saturação). O teor "total" de Al, Cd, Co, Cu, Cr, Mo, Ni, Pb e Zn foi analisado pelo método USEPA 3050B. As amostras de folhas foram digeridas via úmida e analisadas para: Ca, Mg, S, Al, B, Fe, Cu, Mn, Zn, Cr, Cd, Co, Mo, Pb. A irrigação com EET aumentou a concentração de nutrientes disponíveis no solo: Mg (54%), S (360%), B (137%), Cl (260%), Co (460%), Cu (66%), Fe (251%), Mn (90%), Mo (207%), Ni (150%) e Zn (109%). O teor "total" de Al, Cd, Cr e Pb aumentou, apesar de permanecer dentro do limite aceitável sem causar efeitos negativos no solo e na nutrição das plantas. A irrigação com EET aumentou a concentração de nutrientes no tecido foliar: Ca (13%), Mg (9%), B (87%), Fe (21%), Cu (11%), Mn (13%), Ni (960%) e Zn (30%). As concentrações de Cd, Co, Mo e Pb estavam abaixo do limite de detecção no tecido foliar. Estes resultados indicam que, além de ser fonte alternativa de água, o EET disponibiliza nutrientes em baixas doses, como um "adubo de liberação lenta".

Palavras-chave: Metais Pesados; Mehlich-3; Pasta de Saturação; USEPA 3050

## LONG TERM IRRIGATION WITH RECLAIMED WASTEWATER AND THE EFFECTS ON SOIL FERTILITY AND GRAPEFRUIT NUTRITION - Ca, Mg, S, MICRONUTRIENTS AND HEAVY METALS

#### **Abstract**

Beneficial use of reclaimed wastewater (RWW) in agriculture can save water resource and reduce disposal costs of crop production. The objectives of this study were: i) to determine the concentrations of Ca, Mg, S, micronutrients and heavy metals in the RWW, soil and leaf tissue of grapefruit irrigated with RWW during 11 years, and; ii) to evaluate the potential impacts of irrigation with RWW, on the availability of Ca, Mg, S, micronutrients and the heavy metal accumulation in the soil-plant system. In a commercial grapefruit grove [(Citrus paradise Macf.) on (Citrus aurantium L.)] soil and leaf samples were collected from a RWW and a well water (WW) irrigated block. These samples were analyzed and compared. Soil samples were analyzed for Ca. Mg. Mn. Mo. Cu, Fe, Al, Cd, Cr, Ni, Pb and Zn (Mehlich-3), B (hot water) e SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (saturated paste). "Total" concentrations of Al, Cd, Co, Cu, Cr, Mo, Ni, Pb and Zn were also measured by USEPA method 3050B. The leaf samples were digested and analyzed: Ca, Mg, S, Al, B, Fe, Cu, Mn, Zn, Cr, Cd, Co, Mo and Pb. Irrigation with RWW improved the concentration of available nutrients in the soil as follows: Mg 54%, S 360%, B 137%, Co 460%, Cu 66%, Fe 251%, Mn 90%, Mo 207%, Ni 150% and Zn 109%. "Total" Al, Cd, Cr and Pb also increased, however, their concentrations remained in the common range showing no negative effects on soil and plant nutrition. Reclaimed wastewater irrigation also increased the nutrient concentrations in leaf tissue: Ca 13%, Mg 9%, B 87%, Fe 21%, Cu 11%, Mn 13%, Ni 960%, and Zn 30%. The concentrations of Cd, Co, Mo and Pb were below the detection limit. These results indicate that besides an alternative source of water RWW also represents as a source of nutrients which supplies low doses of nutrients like a "slow release fertilizer".

**Keywords:** Heavy Metals; Mehlich-3; Saturated Paste; USEPA 3050

#### 5.1 Introdução

Estima-se que a população mundial crescerá 47% de 2000 até 2050 (FAO, 2006), tendência esta que invariavelmente aumentará expressivamente a demanda global por água e alimento. O reuso intencional de EET pode ser uma solução interessante para este desafio (O'CONNOR; ELLIOT; BASTIAN, 2008). Evidências históricas relatam que em épocas remotas (3500 A.C) os gregos usavam o efluente de esgoto para irrigação (TZANAKAKIS; PARANYCHIANAKIS; ANGELAKIS, 2007). Contudo, recentemente esta prática vem recebendo uma atenção renovada, principalmente devido ao aumento da escassez de água doce (O'CONNOR; ELLIOT; BASTIAN, 2008; SCOTT; FARUQUI; RASCHID-SALLY, 2004) e de outros recursos naturais como minério para a produção de fertilizantes.

A irrigação com EET vem se tornando prática comum próximo as principais áreas urbanas (BIGGS; JIANG, 2009) devido aos seus benefícios como a redução no desvio/captação de água e no lançamento poluente de esgoto nos rios (ANDERSON, 2003). Usos públicos e domésticos representam 12% da demanda total por água doce nos EUA e, em 1995, apenas 2% do EET foi reaproveitado. Recentemente, 7,4% (do total 9,8 x 10<sup>6</sup> m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>) foram reutilizados e este número vem aumentando na razão de 15% ao ano (O'CONNOR; ELLIOT; BASTIAN., 2008; MILLER, 2006).

O EET contém maiores concentrações de macronutrientes (N, P, K, Ca, Mg e S) e menores de micronutrientes (B, Cu, Co, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn) e elementos tóxicos (Al, Cd, Cr e Pb). Portanto, é uma fonte alternativa de nutrientes, especialmente atrativa em solos sob clima tropical e subtropical, que são frequentemente pobres em nutrientes (VLEK et al., 1985; ZEKRI; OBREZA, 2009a; ZEKRI; OBREZA, 2009b; PESTANA et al., 2001).

Geralmente, a deficiência de micronutrientes ocorre em solos calcários com um pH > 7, ou com alta concentração de P (BINGHAM, 1955; ZEKRI; OBREZA, 2009a; ZEKRI; OBREZA, 2009b) e em solos altamente intemperizados, onde o seu material de origem são frequentemente pobres em B, Cu e Zn.

Investigações prévias indicaram que a irrigação com EET tem potencial para alterar as características do solo e a nutrição da plantas (TOZE, 2006; KALAVROUZIOTIS et al., 2008; WALKER; LIN, 2008). Uma das alterações pode ser o acúmulo de metais pesados ocasionando, por sua vez, efeitos desfavoráveis na planta (KALAVROUZIOTIS et al., 2008). Assim, é indispensável a atenção aos micronutrientes e metais pesados adicionados através via irrigação com EET, pois esses elementos possuem, em geral, uma faixa de concentração estreita entre os valores que definem a deficiência e a toxicidez para as plantas. Além disto, os metais pesados podem se acumular na superfície do solo e na cadeia alimentar.

Rattan et al. (2005) observaram que, após 20 anos de irrigação com EET, as quantidades de Zn, Cu, Fe, e Ni disponíveis no solo aumentaram em 208%, 170%, 170% e 63%, respectivamente. Após a irrigação de citros, por três estações consecutivas, com EET contendo elevada concentração de B (0,5-1,0 mg L<sup>1</sup>), Reboll et al. (2000) observaram um teor de B no solo de 0,4±0,2 mg kg<sup>-1</sup>. Por outro lado, as parcelas irrigadas com água do lencol freático apresentaram 0.1±0,1 mg kg<sup>-1</sup> deste elemento no solo. Kalavrouziotis et al. (2008) observaram maiores níveis de Cd, Co, Ni e Pb nas partes comestíveis das plantas como resultado da irrigação com EET. Na China, solos irrigados com EET durante trinta anos foram moderadamente enriquecidos com Cr, Cu, Ni, Pb, Zn e Cd, e as concentrações desses elementos nas plantas excederam os limites permitidos para vegetais, estipulados pela agência de proteção ambiental do país e a da organização mundial da saúde. Contudo, o índice de risco de saúde (HRI) dos metais estudados foi de < 1, indicando que há uma ausência relativa do risco de saúde associado à ingestão de vegetais contaminados (KHAN, et al., 2008). Por outro lado, após quatro anos de irrigação com EET, não houve acúmulo de Cd, Ni ou Pb nas frutas dos citros irrigados com EET (MAURER; DAVIES, 1995).

A aplicação do EET em plantações tem sido utilizada para evitar o lançamento de nutrientes em corpos d'água, entretanto ela precisa ser manejada com cautela (O'CONNOR; ELLIOT; BASTIAN, 2008). Apesar de seus inúmeros benefícios, a irrigação com EET pode afetar propriedades físico-químicas do solo, como índice de infiltração, condutividade hidráulica, densidade, porosidade, pH e disponibilidade de nutrientes (GUO; SIMS, 2003). Com este estudo objetivou-se: i) determinar as

concentrações de Ca, Mg, S, micronutrientes e metais pesados no EET, no solo e no tecido foliar de pomeleiros após 11 anos de irrigação com EET (1997-2008), e; ii) avaliar os potenciais impactos da irrigação com EET, no longo prazo, sobre a disponibilidade de Ca, Mg, S, micronutrientes e o acúmulo de metais pesados no sistema solo-planta.

#### 5.2 Material e métodos

#### 5.2.1Descrição da área

A descrição da área de estudo e tratos culturais utilizados são os mesmos mencionados no sub item 4.2.1.

#### 5.2.2 Amostragem e análise do solo

O sistema de amostragem do solo e preparo de amostras para análise químicas foram o mesmo descrito no sub item 4.2.2.

O teor disponível de Ca, Mg, Mn, Mo, Cu, Fe, Al, Cd, Cr, Ni, Pb e Zn no solo foi extraído utilizando-se a solução Mehlich-3 (MEHLICH, 1984) e suas concentrações foram determinadas por ICP (ICP-OES, Ultima, JY Horiba, Brunwick, NJ). As amostras da superfície do solo (0-15 cm) também foram digeridas para determinação do teor "total" (USEPA 3050B) para Al, Cd, Co, Cu, Cr, Mo, Ni, Pb e Zn, utilizando-se a solução concentrada de HNO<sub>3</sub>, HCl e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) em bloco digestor (AIM 500-c, Al Scientific, Brisbane, Australia) e suas concentrações foram determinadas com ICP-OES (USEPA, 1996). O B disponível no solo foi extraído com água quente, Ca (OH)<sub>2</sub>, HCl (0,1 mol L<sup>-1</sup>) e CaCl<sub>2</sub> (0,02 mol L<sup>-1</sup>) (KEREN, 1996), e a sua determinação em ICP-OES. O SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> do solo foi extraído por pasta de saturação (WOLT, 1994) e analisados por cromatografia de íons (DX 500; Dionex Corporation Sunnyvale, CA).

#### 5.2.3 Amostragem e análise de folhas

Os critérios de amostragem de folhas e preparo da amostras para análises químicas são os mesmo descritos no item 4.2.3.

Uma amostra de folha seca, 0,400 g, foi digerida utilizando-se 5 mL de ácido nítrico concentrado em um bloco digestor (AIM 500-c, AI Scientific, Brisbane, Australia). As concentrações de Ca, Mg, Mn, Mo, B, Cu, Fe, Cd, Cr, Ni, Pb e Zn nos extratos obtidos foram determinadas utilizando-se o ICP-OES. O enxofre foi determinado por turbidimetria ( $\lambda$  = 420 nm) utilizando o BaCl<sub>2</sub> em 1 mL de solução semente (HCl 6,0 mol L<sup>-1</sup> com 20 mg L<sup>-1</sup> de S) (CANTARELLA; PROCHNOW, 2001) em um espectrofotômetro (Hitachi U-3010, Tokyo, Japan).

#### 5.2.4 Amostragem e análise do efluente de esgoto e água

As características físico-químico-biológicas e o plano de amostragem, bem como outras informações relevantes sobre o EET e água, utilizados para irrigação, foram reportadas no capítulo 4.

#### 5.2.5 Análise estatística

As médias das variáveis das análises de solo e no tecido foliar, foram calculadas. Os erros padrões (±EP) das variáveis do solo foram utilizados para determinar a diferença significativa entre as médias (KOO; ZEKRI, 1989).

#### 5.3 Resultados

### 5.3.1 Caracterização química do efluente de esgoto tratado e nutrientes adicionados no solo

Como descrito no capitulo 4, todos as variáveis apresentaram valores maiores no EET quando comparados com a água, porém, abaixo dos limites de referência, quando comparadas com estudos anteriores. Isto indica a boa qualidade do EET utilizado neste estudo.

Baseando-se nas concentrações de nutrientes no EET (Capitulo 4), na lâmina de irrigação utilizada e na densidade de árvores, as quantidades anuais de nutrientes adicionadas ao solo, através da irrigação com EET foram de: 309, 63, 391, 1,58, 0,35,

0,04, 0,06, e 0,30 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Ca, Mg, S, B, Fe, Cu, Mn e Zn, respectivamente (Tabela 5.12). A quantidade de nutrientes adicionada pelo EET equivalem a 914, 686 e 5073% de Ca, Mg e S, respectivamente, da quantia total removida pela fruta colhida. A mesma tendência foi observada para outros nutrientes (B, Fe, Cu, Mn e Zn), indicando que o uso de EET no cultivo dos citros pode implicar na economia de fertilizantes.

De acordo com a taxa anual limite para a adição de poluentes via biossólidos (*APLR - Annual pollutant loading rate limits for biosolids*) (USEPA, 1995) e a concentração de metais pesados no EET encontradas neste estudo, os oito elementos estudados, Cu, Zn, As, Cd, Hg, Ni, Pb e Se estavam abaixo dos valores APLR (Tabela 5.12). Estes resultados indicam que, de acordo com as diretrizes adotadas para biossólidos, a irrigação com EET apresenta uma carga anual segura de metais pesados no solo.

Tabela 5.12 - Média da concentração de nutrientes no efluente de esgoto, quantidade total de nutrientes adicionado pela irrigação, quantidade exportada pela colheita, fração de nutrientes suprida pelo efluente e taxa anual limite para a adição de poluentes via biossólidos (APLR - Annual pollutant loading rate limits for biosolids)

Elementos	Concentração no EET†	Adição via EET§	Exportado pela colheita#	Porcentagem suprida pelo EET relativo ao exportado pela colheita	Taxa anual limite para a adição de poluentes via biossólidos
	mg L <sup>-1</sup>	kg ha <sup>-1</sup> yr <sup>-1</sup>	kg ha <sup>-1</sup>	%	kg ha <sup>-1</sup> yr <sup>-1</sup>
Ca	59,72	309,94	33,92	914	-
Mg	12,23	63,47	9,25	686	-
S	75,36	391,11	7,71	5073	-
В	0,305	1,58	0,18	893	-
Fe	0,068	0,35	0,28	127	-
Cu	0,008	0,04	0,05	90	75
Mn	0,012	0,06	0,13	48	-
Zn	0,058	0,30	0,21	145	140
As	0,001	0,01	-	-	2,0
Be	0,001	0,01	-	-	-
Cd	0,001	0,01	-	-	1,9
Co	0,01	0,05	-	-	-
Cr	0,016	0,08	-	-	-
Hg	< LD	< LD	-	-	0,85
Li	0,007	0,04	-	-	-
Mg	11,1	57,61	-	-	-
Ni	0,008	0,04	-	-	21
Pb	0,043	0,22	-	-	15
Se	0,002	0,01	-	-	5,0
Al	0,73	3,79	-	-	-

<sup>†</sup>Capítulo 4 tabela 4.10:

<sup>§</sup> Considerando-se 20.759,42 L árvore 1 ano 1 de EET irrigados e 250 árvores ha 1;

<sup>#</sup>Considerando-se a quantia total de Ca, Mg, S, B, Fe, Cu, Mn e Zn como: 19,95, 5,44, 4,53, 0,10, 0,16, 0,02, 0,07 e 0,12 g caixa<sup>-1</sup> (OBREZA; MORGAN, 2008). Produtividade de 1.700 caixas ha<sup>-1</sup>.

## 5.3.2 Fertilidade do solo

No geral, a irrigação com EET aumentou as concentrações de Ca, Mg, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, B, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn, Cd, Co, Cr e Pb no solo (Figura 5.32).

No presente estudo as concentrações de Ca disponível (M-3) avaliadas apresentaram-se na ampla faixa de 341±70 a 5,142±1,849 mg kg<sup>-1</sup>, independentemente do tipo de água. A ampla variação ocorreu particularmente nas camadas profundas (Figura 5.32). Devido a esta elevada variação de Ca no perfil do solo, a diferença não foi bem definida, exceto na camada mais profunda, onde houve um aumento expressivo de Ca em função da irrigação com EET.

O teor de Mg disponível (M-3) aumentou após a irrigação com EET em todas as camadas estudadas, exceto na camada mais profunda. O talhão irrigado com EET apresentou 54% a mais de Mg nas camadas 0-15, 15-30 e 30-45 cm, demonstrando uma adição significativa deste elemento via EET.

A concentração média de  $SO_4^{2^-}$  nas camadas 0-15, 15-30 e 45-90 cm foi 365% maior nos talhões irrigados com EET em comparação com aqueles irrigados com água (Figura 5.32). A maior concentração de  $SO_4^{2^-}$  foi observada na camada mais profunda (45-90 cm) irrigada com EET.

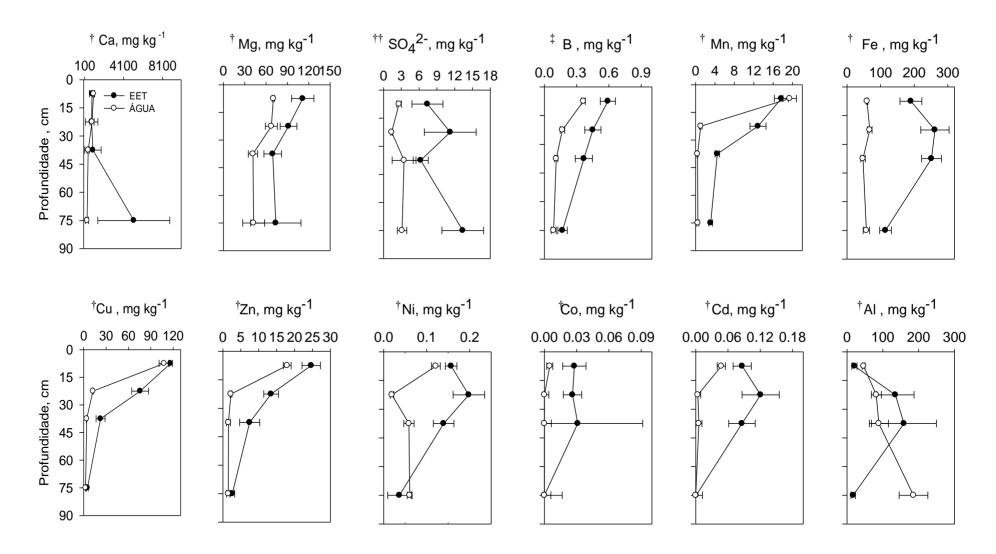


Figura 5.32 - Médias (± erro padrão) das variáveis analisadas no perfil do solo irrigado com efluente de esgoto tratado e água

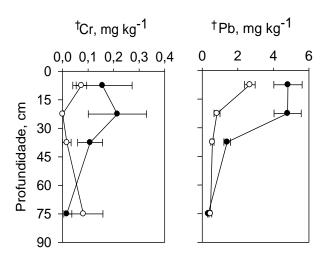


Figura 5.32 - Médias (± erro padrão) das variáveis analisadas no perfil do solo irrigado com efluente de esgoto tratado e água; † Extraído em solução Mehlich-3 (MEHLICH, 1984); †† Extraído em pasta de saturação (WOLT, 1994); ‡ Extraído com água quente, Ca(OH)<sub>2</sub>, HCl (0,1 mol L<sup>-1</sup>), and CaCl<sub>2</sub> (0,02 mol L<sup>-1</sup>) (KEREN, 1996)

As concentrações de B (extraído com água quente) no solo foram mais elevadas em todas as camadas após a irrigação com EET. Nas camadas de 0-15, 15-30, 30-45, 45-90 cm, as concentrações de B foram, respectivamente de: 63%, 164%, 236% e 88% mais elevadas no talhão irrigado com EET comparando-se com o talhão irrigado com água (Figura 5.32).

Todos os elementos extraídos pela solução M-3 (Fe, Cu, Mn, Zn, Ni, Co, Al, Cd, Cr e Pb) foram maiores em todo o perfil do solo irrigado com EET (Figura 5.32), se comparado com a irrigação com água. A mesma tendência foi encontrada para a concentração "total" (USEPA 3050B) (Tabela 5.13).

Em média, a concentração de Fe disponível (M-3) foi aproximadamente 251% superior em todo o perfil do solo do talhão irrigado com EET (Figura 5.32). A concentração de Fe foi mais elevada na camada superficial, 0-15 cm, mas diminuiu com a profundidade. Para a superfície do solo a concentração de Fe "total" foi 631% superior no talhão irrigado com EET (Tabela 5.13).

Tabela 5.13 - Teor "total" (USEPA 3050B) dos elementos na superfície do solo (0-15 cm) de talhões irrigados com efluente de esgoto tratado (EET) e água, e a concentração comum de

metais pesados encontrados no solo

metale pedades sheemade no solo							
Elements	EET média±EP	Agua média±SE	Adição via EET	Faixa comum no solo			
	mg kg <sup>-1</sup>		%	mg kg <sup>-1</sup>			
Fe	3554±803	486±76	631	5.000 to 330.000¶			
Al	1820±245	501±115	263	30 to 8.720§			
Mn	89,33±11,07	49,87±2,47	79,1	10 to 9.000¶			
Cd	0,31±0,04	0,26±0,02	19,2	0,005 to 2,0#			
Co	1,45±0,20	$0,45\pm0,04$	222	0 to 15‡‡			
Cr	8,02±1,28	5,06±0,64	58,4	0,89 to 80,7§			
Cu	297,9±7,0	236,0±13,2	26,2	0,3 to 495#			
Мо	1,23±0,16	$0,40\pm0,04$	207	0,1 to 7¶			
Ni	4,07±0,36	1,67±0,17	143	1,7 to 48,5§			
Pb	20,14±1,55	10,46±0,73	92,5	0,7 to 42§			
Zn	62,59±6,50	38,96±1,36	60,6	0,89 to 29,6§			

§ Chen et al., (1998); ¶ Kabata-Pendias and Mukherjee, (2007); # Holmgren et al., (1993); ‡‡ USEPA, (2005).

Os teores de Cu disponível (M-3) em todo o perfil do solo variaram de 5,0±1,1 a 116±2,5 mg kg<sup>-1</sup> no solo irrigado com EET e 2,5±0,5 a 107±6,8 mg kg<sup>-1</sup> no solo irrigado com água (Figura 5.32). Diferenças significativas no teor de Cu disponível foram encontradas nas camadas de 15-30 cm e 30-45 cm, sendo 66% superior no solo irrigado com EET. Para a camada superficial, a concentração de Cu "total" foi 26% superior no talhão irrigado com EET comparando-se ao talhão irrigado com água (Tabela 5.13).

Os teores de Mn disponível (M-3) no solo não apresentaram diferença significativa na camada superficial (Figure 5.32), mas aumentaram em 90% sob irrigação com EET nas outras três camadas. A concentração de Mn "total" na superfície do solo foi 79% superior no talhão irrigado com EET (Tabela 5.13).

O teor de Mo disponível (M-3) no solo esteve abaixo do limite de detecção, independentemente do tipo de água de irrigação. Não obstante, sua concentração "total" aumentou em 20% no solo irrigado com EET (Tabela 5.13).

Nas primeiras três camadas superficiais do solo, o Zn disponível (M-3) foi 109% maior no solo irrigado com EET (Figura 5.32). Ambos os solos demonstraram concentrações mais elevadas em superfície, diminuindo ao longo do perfil. A concentração de Zn "total" foi 60% maior no talhão irrigado com EET (Tabela 5.13).

Concentrações mais elevadas de Ni disponível (M-3) foram obtidas no solo irrigado com EET, em média de 0,165 mg kg<sup>-1</sup>, para as primeiras três camadas

superficiais do solo, comparando-se com 0,066 mg kg<sup>-1</sup> no solo irrigado com água (Figura 5.32). Isto representa um aumento de 150% considerando a média das três camadas. A concentração de Ni "total" foi de 4,07±0,36 mg kg<sup>-1</sup> sob irrigação com EET e 1,67±0,17 mg kg<sup>-1</sup> no solo tratado com água (Tabela 5.13), representando uma diferença de 143%.

Concentrações mais elevadas de Co disponível (M-3) foram encontradas no solo irrigado com EET, em média de 0,028 mg kg<sup>-1</sup> para as três camadas superficiais, e 0,005 mg kg<sup>-1</sup> no solo irrigado com água considerando-se as mesmas camadas (Figura 5.32). A concentração de Co "total" foi de 1,45±0,20 mg kg<sup>-1</sup> sob a irrigação com EET e 0,45±0,04 mg kg<sup>-1</sup> no solo irrigado com água (Tabela 5.13). Isto representa uma adição de 222% de Co "total" no solo.

Houve um aumento no teor de Cd, Cr e Pb disponível (M-3) no solo irrigado com EET (Figura 5.32). Na média de todas as camadas, exceto a mais profunda, as concentrações de Cd, Cr e Pb foram 400%, 500% e 169% mais elevadas no solo que recebeu a irrigação com EET. Considerando-se a média de todas as camadas, o Al diminuiu cerca de 500% quando irrigado com EET. A concentração "total" de Al, Cd, Cr e Pb aumentou 263%, 19%, 58% e 92%, respectivamente, após 11 anos de irrigação com EET.

## 5.3.3 Nutrição da planta

Não foram observados efeitos prejudiciais na nutrição da planta devido a irrigação com EET. Ainda assim, a irrigação com EET aumentou significativamente a concentração de Ca (13%), Mg (9%), AI (12%), B (87%), Fe (21%), Cu (11%), Mn (13%), Ni (960%) e Zn (30%) no tecido foliar dos citros. A concentração de S e Cr nas folhas não sofreram alteração (Tabela 5.14). Independentemente da fonte de irrigação, as concentrações de Cd, Co, Mo e Pb nas folhas permaneceram abaixo dos limites de detecção.

Tabela 5.14 - Médias (± erro padrão) das variáveis avaliadas no tecido foliar de pomeleiros irrigados com efluente de esgoto tratado (EET) e água, e a interretação da apálise foliar

efluente de esgoto tratado (EET) e agua, e a interpretação da analise foliar					
Elements	EET	Água	Adição via EET	Interpretação†	
	média±EP	média±EP	(%)	EET / Água	
Ca (g kg <sup>-1</sup> )	385±12	340±8,63	13,0	Excesso / Excesso	
Mg (g kg <sup>-1</sup> )	3,42±0,25	3,13±0,10	9,2	Ótimo / Ótimo	
S (g kg <sup>-1</sup> )	5,00±0,52	5,36±0,07	ns	-	
Al (mg kg <sup>-1</sup> )	47,64±0,86	42,38±1,02	12,0	-	
B (mg kg <sup>-1</sup> )	110,01±6,24	58,66±1,78	87,0	Alto / Ótimo	
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	34,98±6,54	28,81±2,35	21,4	Baixo / Baixo	
Cu (mg kg <sup>-1</sup> )	74,35±4,01	66,66±1,50	11,5	Excesso / Excesso	
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	88,72±2,96	78,38±3,95	13,2	Ótimo / Ótimo	
Ni (mg kg <sup>-1</sup> )	8,48±1,22	$0,80\pm0,34$	960,0	-	
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	88,41±2,75	67,98±7,29	30,0	Ótimo / Ótimo	
Cr (mg kg <sup>-1</sup> )	1,58±1,62	1,78±1,76	ns	-	
Cd (mg kg <sup>-1</sup> )	< DL	< DL	-	-	
Co (mg kg <sup>-1</sup> )	< DL	< DL	-	-	
Mo (mg kg <sup>-1</sup> )	< DL	< DL	-	-	
Pb (mg kg <sup>-1</sup> )	< DL	< DL	-	-	

ns = sem diferença significativa; < DL = abaixo do limite de detecção; †OBREZA; MORGAN (2008).

#### 5.4 Discussão

## 5.4.1 Fertilidade do solo

O teor de Ca disponível (M-3) no solo é considerado suficiente para o citros quando superior a 200 mg kg<sup>-1</sup> (OBREZA; MORGAN, 2008). Para ambos os talhões os valores encontrados ficaram acima deste nível. As altas concentrações de Ca, provavelmente, refletem o material de origem do solo rico em sedimentos calcários marinhos. A grande variação nas concentrações de Ca (Figura 5.32) no perfil do solo, provavelmente, foi resultado do preparo do solo, antes do transplantio das mudas, no qual o subsolo foi movido para a superfície do solo durante o preparo da terra.

Independente do tipo de água de irrigação, o Mg disponível (M-3) foi encontrado em nível alto (>30 mg kg<sup>-1</sup>) (Obreza e Morgan, 2008). O teor de Mg disponível aumentou em 54% com o EET demonstrando a eficiência do EET como fonte alternativa de Mg para os citros.

O sulfato extraído por pasta de saturação aumentou mais de três vezes após a irrigação com EET revelando o potencial do EET com fonte parcial de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> para a nutrição do citros. Também foi observado que a concentração de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, do solo irrigado

com EET, foi aproximadamente duas vezes superior na camada mais profunda quando comparada com a superfície do solo. Isto pode estar relacionado a dois fatores: i) lixiviação de  $SO_4^{2-}$ , e; ii) maior concentração de matéria orgânica na superfície do solo e, conseqüentemente, menos S como  $SO_4^{2-}$ . Usualmente, o S é encontrado na superfície do solo como S orgânico devido à alta concentração de matéria orgânica. Por outro lado, a forma solúvel de  $SO_4^{2-}$  é frequentemente encontrada nas camadas subsuperfíciais devido à lixiviação (MALAVOLTA; PAULINO, 1989).

A concentração de B quase dobrou no perfil no solo irrigado com EET, chegando a valores de 0,6 mg kg<sup>-1</sup>, demonstrando que a irrigação com EET pode suprir uma quantidade significativa de B para os citros, podendo com isto reduzir ou eliminar o uso da pulverização anual deste elemento. Resultados similares foram reportados por outros autores (MORGAN et al., 2008; REBOLL et al., 2000, QIAN E MECHAM, 2005). Todavia, a irrigação com EET apresenta risco potencial em relação à fitotoxicidade com B (REBOLL et al., 2000; TOZE, 2006). No presente estudo, não foram observados sintomas de toxicidade de B nas plantas nos talhões irrigados com EET, uma vez que as concentrações de B nos solos (<0,59±0,07 mg kg<sup>-1</sup>) estavam abaixo dos níveis críticos (1,3 mg kg<sup>-1</sup>) para a toxicidade de B nos citros (AUCEJO et al., 1997).

Após onze anos de irrigação com EET, a concentração de todos os micronutrientes e demais elementos analisados (Fe, Cu, Mn, Zn, Ni, Co, Cd e Pb) no solo aumentaram significantemente. Apesar dos altos percentuais as concentrações absolutas eles estavam dentro dos índices referenciais, exceto Cu e Zn, como discutido a seguir.

A irrigação com EET adicionou uma quantia significativa de Fe disponível no solo e aumentou em 631% o Fe "total", alcançando 3554 mg kg<sup>-1</sup>. Zekri e Koo (1993) encontraram resultados similares em ensaios conduzidos também no Estado da Flórida. Assim fica claro que a irrigação com EET no longo prazo é uma importante fonte adicional de Fe no solo. Mesmo após a irrigação com EET, a concentração de Fe total no solo está abaixo da média comum de 0,5 a 33% (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). Então, a irrigação com EET pode ser especialmente atrativa para solos pobres em Fe, como os solos calcários cultivados com citros no Mediterrâneo e na Flórida (PESTANA et al., 2001; ZEKRI; OBREZA, 2009a).

O teor de Cu disponível (M-3) foi 66% maior sob irrigação com EET. Mas, independentemente do tipo de água para irrigação, as concentrações de Cu (>50 mg kg<sup>-1</sup>) foram consideradas muito altas de acordo com a interpretação de análise de solo (OBREZA; MORGAN, 2008). A mesma tendência foi observada para o Cu "total", com concentração de 297±7,0 mg kg<sup>-1</sup> sob irrigação com EET e 236±13,2 mg kg<sup>-1</sup> <sup>1</sup> sob irrigação com água. As concentrações totais de Cu no solo variam de 1 a 140 mg kg<sup>-1</sup>, em solos calcários de 7 a 70 mg kg<sup>-1</sup>, e a faixa comum nos solos agrícolas dos EUA é de 0,3 a 495 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007; HOLMGREN et al., 1993). Apesar da adição de quantias consideráveis de Cu através do EET, a principal causa dos altos teores de Cu encontradas no estudo foi o uso de pulverizações com o Cu para controle de doenças. Este elemento vem sendo utilizado no cultivo de citros da Flórida para correção nutricional e controle de doenças por cerca de 80 anos (DRISCOLL, 2004). Pulverização química em produções de frutas pode adicionar 1-2 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> Cu no solo (HE; YANG; STOFFELA, 2005). Conforme estimado, a irrigação com EET adicionou mais de 40 g ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Cu (Tabela 5.12). Desta forma, é necessário o monitoramento do sistema solo-planta visando prevenir a toxicidade do Cu em solos irrigados com EET por longo período.

O teor de Zn disponível (M-3) foi 109% superior no solo irrigado por EET. O teor "total" foi de 62,59±6,5 e 38,96±1,4 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente na camada superficial, 60% superior no tratamento com o EET do que no tratamento com água (Tabela 5.13). A concentração total de Zn no solo varia entre 10 e 300 mg kg<sup>-1</sup> com média de 50 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). Nos EUA a concentração média de Zn em solos cultiváveis é de 43 mg kg<sup>-1</sup>, variando na faixa de 3 a 264 mg kg<sup>-1</sup> (HOLMGREN et al., 1993). Entretanto, a concentração de referência varia entre 0,89 a 29,6 mg kg<sup>-1</sup> em solos do Estado da Flórida (CHEN; MA; HARRIS, 1999). Baseando-se nos valores de referência, independente da fonte de irrigação, o Zn "total" em ambos os talhões, estão acima dessa faixa. A alta concentração de Zn no solo, mesmo para o talhão irrigado com água, deve-se, assim como para o cobre, provavelmente ao uso de fertilizantes e pesticidas contendo Zn. Contudo, a irrigação com EET contribuiu com uma quantia adicional de Zn no solo. Além disto a pequena redução do pH devido a irrigação com EET também pode ter contribuído para o aumento da concentração de Zn, Cu, além de

outros metais no solo. A pulverização química na produção de frutas pode adicionar 5-9 kg ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Zn (HE; YANG; STOFFELA, 2005) e a irrigação com EET pode adicionar mais do que 300 g ha<sup>-1</sup> ano<sup>-1</sup> de Zn (Tabela 5.12). Assim, os mesmo cuidados discutidos para o Cu devem ser considerados para o Zn.

A irrigação com EET aumentou a concentração de Mn disponível (M-3) e o Mn "total" do solo. O teor "total" de Mn foi de 89,33±11,07 mg kg<sup>-1</sup> com a irrigação com EET, o que está dentro da faixa comum de 10 to 9.000 mg kg<sup>-1</sup>, mas abaixo da média dos solos do EUA, que é de 495 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). O aumento, tanto no teor disponível quando do "total" indica o fornecimento de Mn às culturas agrícolas via EET.

O Mo disponível (M-3) encontrou-se abaixo do limite de detecção em ambos os talhões e a concentração "total" aumentou em 20% no solo irrigado com EET. A concentração de Mn "total" no talhão irrigado por EET foi de 1,23±0,16 mg kg<sup>-1</sup>. A média global de Mo no solo é de 1,8 mg kg<sup>-1</sup>, no entanto sua ocorrência está na faixa de concentração total de 0,1 até 7 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007), demonstrando que a concentração de Mo está dentro da média comum em solos mesmo após 11 anos de irrigação com EET.

O níquel disponível foi 168% maior na irrigação com EET e a concentração "total" aumentou em 143% no solo. A concentração de Ni total no solo varia notavelmente, sendo a média mundial de 40 mg kg<sup>-1</sup> (HE; YANG; STOFFELA, 2005), contudo nos EUA a variação está entre 0,7 e 269 mg kg<sup>-1</sup>, considerando 307 diferentes tipos de solo agrícolas no EUA (HOLMGREN et al., 1993). A faixa de referência de Ni nos solos da Flórida é de 1,7 to 48,5 mg kg<sup>-1</sup> (CHEN; MA; HARRIS, 1999). Os resultados obtidos no presente trabalho indicam que a irrigação com EET tende a aumentar as concentrações de Ni (4,07±0,36 mg kg<sup>-1</sup>) no solo, embora estas ainda estejam dentro da faixa de referência.

A concentração de Co disponível (M-3) no solo irrigado com EET aumentou cerca de duas vezes no solo. Todavia, a concentração de Co "total" encontrada no solo (1,45±0,20 mg kg<sup>-1</sup>), aumentou 207%, e mesmo assim, permaneceu abaixo da faixa mundial comum e dentro da faixa de referência para os EUA. A faixa mundial comum do teor total de Co na superfície do solo é de 4,5 a 12 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS;

MUKHERJEE, 2007) e a de referência para os solos a leste do EUA está entre 0 e 15 mg kg<sup>-1</sup> (USEPA, 2005).

A concentração de Cd disponível no solo foi 400% vezes superior após a irrigação com EET, no entanto a concentração "total" encontrada (0,31±0,04 mg kg<sup>-1</sup>) está dentro da limite comum. A média global da concentração de Cd total no solo varia entre 0,06 mg kg<sup>-1</sup> e 1,1 mg kg<sup>-1</sup>, com valor médio de 0,5 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). Para solos agrícolas nos USA, os valores de Cd variam de <0,005 a 2,0 mg kg<sup>-1</sup> (HOLMGREN et al., 1993). A concentração média de referência desse elemento nos solos da Flórida varia entre zero e 0,33 mg kg<sup>-1</sup> para Cd (CHEN; MA; HARRIS, 1999).

A concentração disponível de Cr (M-3) analisada aumentou cinco vezes sob irrigação com EET. Sua concentração "total" também aumentou (8,02±1,28 mg kg<sup>-1</sup>) em cerca de 58%, mas está abaixo da média comum. A média mundial da concentração de Cr total no solo é de 54 mg kg<sup>-1</sup> (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007) variando de 20 a 200 mg kg<sup>-1</sup> (HE; YANG; STOFFELA, 2005). O valor de referência para o Estado da Flórida, varia de 0,89 a 80,7 mg kg<sup>-1</sup> para Cr (CHEN; MA; HARRIS, 1999).

A concentração de Pb aumentou em 169% sob a irrigação com EET. Todavia, a concentração de Pb "total" no solo após a irrigação com EET (20,14±1,55 mg kg<sup>-1</sup>) estava dentro da faixa comum. A faixa mundial do Pb total nos solos é de 10 - 150 mg kg<sup>-1</sup> (HE; YANG; STOFFELA, 2005). Para solos de agricultura no EUA as médias de Pb variam de 0,5 - 135 mg kg<sup>-1</sup> (HOLMGREN et al., 1993). A faixa de referência para o Estado da Flórida varia entre 0,7 - 42,0 mg kg<sup>-1</sup> para o Pb (CHEN; MA; HARRIS, 1999).

O Al disponível (M-3) diminuiu 500% após a irrigação com EET. Em contraste, a concentração de Al "total" (1820±245 mg kg<sup>-1</sup>) foi 263% mais alta. Em geral, as concentrações de Al variam entre 1 e 4% nos solos (KABATA-PENDIAS; MUKHERJEE, 2007). Em quarenta amostras de solo do Estado da Flórida as concentrações de Al variaram de 30,0 to 8720 mg kg<sup>-1</sup> (CHEN et al., 1998), indicando que as concentrações aqui obtidas estão dentro desta faixa. A concentração de Al disponível (M-3) no solo irrigado com EET diminui de forma significativa, provavelmente, devido à adição de ânions (HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> e PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) e ligantes orgânicos como ácidos húmicos e fúlvico provenientes do EET. Frequentemente, a concentração de HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> no EET é bem maior

que aquela encontrada nas fontes convencionais de água (FEIGIN; RAVINA; SHALHEVET, 1991).

## 5.4.4 Nutrição da planta

A concentração de cálcio foliar foi 13% superior nos talhões irrigados com EET. Isto deve estar relacionado ao Ca<sup>2+</sup> disponível adicionado via EET. Independentemente da fonte de água, ambas as amostras de tecido foliar apresentaram valores superiores ao nível excedente de acordo com as faixas de interpretação (>70 g kg<sup>-1</sup>) (OBREZA; MORGAN, 2008), o que está relacionado à elevada concentração de Ca nos solos estudados.

A concentração de Mg no tecido foliar foi 9% superior quando as plantas foram irrigadas com EET. De acordo com o guia de interpretação (Obreza e Morgan, 2008) ambos talhões irrigados estão dentro do nível ideal, 3 a 4,9 g kg<sup>-1</sup> of Mg.

De acordo com Feigin; Ravina e Shalhevet (1991) a principal forma de B no EET é ácido bórico dissociado, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, que é prontamente disponível às plantas. Devido ao desequilíbrio de nutrientes no EET e a alta concentração relativa de B, este elemento pode ser potencialmente tóxico aos citros irrigados com EET. Neste estudo a concentração de B nas folhas foi de 110,01±6,24 mg kg<sup>-1</sup> após a irrigação com EET. O nível crítico foliar de B para a maioria das plantas varia de 5 a 30 mg kg-1 (KABATA-PENDIAS E MUKHERJEE, 2007). Na faixa de 100 a 130 mg kg<sup>-1</sup>, podem ocorrer sintomas leves de toxidez, enquanto que na faixa de 200 a 250 mg kg<sup>-1</sup> os são sintomas pronunciados (AUCEJO et al., 1997). Os sintomas de toxidez foram reportados em citros quando a concentração média de B nas folhas atingiu 165 mg kg<sup>-1</sup> (AUCEJO et al., 1997). De acordo com o guia de interpretação, o B foliar das plantas irrigadas com EET estavam em uma faixa alta (101 a 200 mg kg<sup>-1</sup>), mas abaixo do nível tóxico (>200 mg kg<sup>-1</sup>) (OBREZA; MORGAN, 2008). Neste estudo não foram observados sintomas de toxicidez após irrigação com EET no longo prazo. Além disso, a concentração média de B no EET (0,31±0,007 mg kg<sup>-1</sup>), estava abaixo do limite de 0,75 mg L<sup>-1</sup> de B considerado seguro para a irrigação com EET (USEPA, 2004).

A concentração de Fe foliar após a irrigação com EET foi de 34,98±6.54 mg kg<sup>-1</sup>, quase acima do nível de deficiência (< 35 mg kg<sup>-1</sup>), por outro lado, as plantas irrigadas com água apresentaram a concentração de 28,81±2.35 mg kg<sup>-1</sup> deste elemento em suas folhas, sendo consideradas deficientes (OBREZA; MORGAN, 2008). Isto mostra que o EET pode contribuir sensivelmente para redução da deficiência de Fe nas plantas, o que é comum nos solos calcários da Flórida (KUYKENDALL, 1955; ZEKRI; OBREZA, 2009a).

A concentração de Mn foliar aumentou 13% nas plantas irrigadas com EET (88,72±mg kg<sup>-1</sup>). Independentemente da fonte de irrigação, a concentração de Mn foliar nos dois talhões foi considerada dentro da faixa ótima (25-100 mg kg<sup>-1</sup>) conforme os limites de interpretação (OBREZA; MORGAN, 2008).

As concentrações de Cu no tecido foliar foram de 74,35±4,01 e 66,66±1,50 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente para os talhões irrigados com EET e água, que são três vezes superiores ao limite de excesso (>20 mg kg<sup>-1</sup>) (OBREZA; MORGAN, 2008). Aparentemente, as altas concentrações de Cu nos citros resultaram principalmente de outras práticas agronômicas, que não a irrigação, como já discutido anteriormente.

A concentração de Zn foliar das plantas irrigadas com EET foi 30% maior que aquelas irrigadas com água. Entretanto, todos os valores, independente da fonte de água, estão dentro dos níveis ideais de Zn para os citros (25-100 mg kg<sup>-1</sup>) (OBREZA; MORGAN, 2008).

O Ni é o elemento cuja essencialidade foi mais recentemente identificada (BROWN et al., 1987). A faixa de concentração no tecido das plantas ainda é controvertida. A faixa adequada para o Ni parece estar entre 0,01 e 10 mg kg<sup>-1</sup> e o nível tóxico é de > 10 mg kg<sup>-1</sup> em espécies sensíveis e > 50 mg kg<sup>-1</sup> em espécies moderadamente tolerantes (BROWN, 2006; MALAVOLTA; MORAES, 2007). A concentração de Ni no tecido da planta (8,48±1,22 mg kg<sup>-1</sup>) irrigada com EET está dentro da faixa adequada e ainda distante do nível tóxico.

A concentração de Al foliar aumentou nas plantas irrigadas com EET, quando comparadas as plantas que receberam água. Não há valor específico de interpretação para a concentração de Al em folhas de citros, mas a média normal para as plantas varia entre 50 e 400 mg kg<sup>-1</sup>, com valor médio de 200 mg kg<sup>-1</sup> (BERGMANN, 1992). As

concentrações de Al foliar foram  $47.6 \pm 0.86$  e  $42.38 \pm 1.02$  mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente para os talhões irrigados com EET e água, ou seja, abaixo da média normal da concentração de Al em plantas.

As concentrações de Cd, Co, Mo e Pb permaneceram abaixo do limite de detecção. O Cr não apresentou diferença significativa no tecido foliar entre as plantas irrigadas com EET ou água. Estes resultados indicam o baixo risco da irrigação com EET, no longo prazo, sobre o acúmulo de metais pesados no tecido foliar.

## 5.5 Conclusões

O efluente de esgoto tratado pode ser considerado uma fonte alternativa de água para irrigação, além de elevar a disponibilidade de Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni e Zn no solo.

Apesar da adição de metais pesados no solo (Cd, Co, Mo e Pb) via irrigação com EET, suas concentrações no tecido foliar ainda assim estão abaixo do limite de detecção. Sendo assim, o risco de contaminação por metais pesados provenientes da irrigação com EET são mínimos.

Os solos agrícolas podem possuir naturalmente elevados teores de Cu e Zn devido à repetidas aplicações de fungicidas e fertilizantes, apresentando riscos de toxidez às plantas. A irrigação com EET pode potencializar estes riscos devido à adição destes elementos no longo prazo. Para prevenir qualquer potencial risco de poluição do sistema solo-planta, deve haver atenção no monitoramento das concentrações destes elementos, principalmente após longo uso do EET.

## Referências

AL-YASSIN, A. Influence of salinity on Citrus: a review paper. **Journal of Central European Agriculture**, Zagreb, v. 5, p. 263–272, 2004.

ANDERSON, J. The environmental benefits of water recycling and reuse. **Water Science & Technology: Water Supply**, London, v. 3, p.1-10, 2003.

AUCEJO, A.; FERRER, J.; GABALDÓN, C.; MARZAL, P.; SECO, A. Diagnosis of boron, fluorine, lead, nickel and zinc toxicity in citrus plantations in villa real. **Water Air and Soil Pollution**, Dordrecht, v. 94, p. 349-360, 1997.

BERGMANN, W. **Nutritional disorders of plants**: development, visual and analytical diagnosis. New York: G. Fisher, 1992. 417 p.

BIGGS, T.W.; JIANG, B. Soil salinity and exchangeable cations in a wastewater irrigated area, India. Journal of Environmental Quality, Madison, v. 38, p. 887-896, 2009.

BINGHAM, F.T.; MARTIN, J.P. Minor nutrients of citrus: effects of phosphorus fertilization on the minor element nutrition of citrus studied with three types of soil series. **California Agriculture**, Richmond, v. 9, p. 4-5, 1955.

BRADY, N.C.; WEIL, R.R. **The Nature and Properties of Soils**. 13<sup>th</sup> ed. Columbus: Prentice Hall, 2008. 965 p.

BROWN, P.H. Nickel. In: BARKER, A.V. **Handbook of plant nutrition.** Boca Raton: CRC Press, 2006. p. 395-409.

CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van; COSCIONE, A.R.; ANDRADE, J.C. Determinação de alumínio, cálcio e magnésio trocáveis em extrato de cloreto de potássio. In: RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A., (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade em solos tropicais**. Campinas: Instituto Agronômico, 2001. p. 213-224.

CHEN, M.; MA, L.; HARRIS, W. Baseline concentrations of 15 trace elements in Florida surface soils. **Journal of Environmental Quality,** Madison, v. 28, p. 1173–1181, 1999.

CHEN, M.; MA, L.; HARRIS, W; HORNESBY, A.G. **Background Concentrations of Trace Metals in Florida Surface Soils**: Comparison of Four Digestion Methods and Baseline Concentrations of 15 Metals. Gainesville: University of Florida, 1998. 156 p.

DAILY, G.C.; DASGUPTA, P.; BOLIN, B.; CROSSON, P.; DU GUERNY, J.; EHRLICH, P.; FOLKE, C.; JANSSON, A.M.; JANSSON, B.O.; KAUTSKY, N.; KINZIG, A.; LEVIN, S.; MÄLER, K.G.; PINSTRUP-ANDERSEN, P.; SINISCALCO, D.; WALKER, B. Policy forum: Global food supply - Food production, population growth, and the environment. **Science**, Washington, v. 281, p. 1291-1292, 1998.

DRISCOLL, P.J. Copper Toxicity on Florida Citrus-Why Did it Happen? **Proceedings of the Florida State Horticultural Society,** Winter Haven, v. 117, p. 124-127, 2004.

FEIGIN A.; RAVINA, I.; SHALHEVET, J. Irrigation with treated sewage effluent. Management for environmental protection. Springler-Verlag, Berlin, 1991. 223 p.

FOOD and AGRICULTURAL ORGANIZATION (FAO). World agriculture: Towards 2030/2050. **Prospects for food, nutrition, agriculture and major commodity groups**, Interim Rep. Global Perspect. Rome: Studies Unit, FAO, 2006. 71 p.

GUO, L.B.; R.E.H, SIMS. Soil response to eucalypt tree planting and meatworks effluent irrigation in a short rotation forest regime in New Zealand. **Bioresource Technology**, Oxford, v. 87, p. 341-347, 2003.

HE, Z.L.; YANG, X.E.; STOFFELLA, P.J. Trace elements in agroecosystems and impacts on the environment. **Journal of Trace Elements in Medicine and Biology**, Berlin, v. 19, p. 125–140, 2005.

HOLMGREN, G.G.S.; MEYER, M.W.; CHANEY, R.L.; DANIELS, R.B. Cadmium, lead, zinc, copper and nickel in agricultural soils of the United States of America. **Journal of Environmental Quality,** Madison, v. 22, p. 335–348, 1993.

KABATA-PENDIAS, A.; MUKHERJEE, A.B. **Trace elements from soil to human**. New York: Springer, 2007. 550 p.

KALAVROUZIOTIS, I.K.; ROBOLAS, P.; KOUKOULAKIS, P.H.; PAPADOPOU, A.H. Effects of municipal reclaimed wastewater on the macro- and micro-elements status of soil and of *Brassica oleracea* var. Italica, and *B. oleracea* var. Gemmifera. **Agricultural Water Management**, Amsterdam, v. 95, p. 419-426, 2008.

KEREN, R. Boro. In: SPARKS, D.L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis**. Madison: SSSA-ASA, 1996. pt: 3 - Chemical Methods. p.603-626.

KHAN, S.; CAO, Q.; ZHENG, Y.M.; HUANG, Y.Z.; ZHU, Y.G. Health risks of heavy metals in contaminated soils and food crops irrigated with wastewater in Beijing, China. **Environmental Pollution**, Amsterdam, v. 152, p. 686-692, 2008.

LUBELLO, C.; GORI, R.; NICESE, F.P.; FERRINI, F. Municipal-treated wastewater reuse for plant nurseries irrigation. **Water Research**, Oxford,v. 38, p. 2939-2947, 2004.

MALAVOLTA, E.; MORAES, M.F. Nickel - from toxic to essential nutrient. **Better Crops**, New York, v. 91, p. 26-27, 2007.

MALAVOLTA, E; PAULINO, V.T. Sulphur balance in central and south america. In: MALAVOLTA, E. **Plant nutrient sulphur.** Washington: The sulphur institute, 1989. p. 31-50.

MAURER, M.A.; DAVIES, F.S.; GRAETZ, D.A. Reclaimed wastewater irrigation and fertilization of mature "Redblush" grapefruit trees. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, Greensboro, v. 120, p. 394-402, 1995.

MEHLICH, A. Mehlich 3 soil extractant: A modification of Mehlich 2 extractant. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v. 15, p. 1409-1416, 1984.

MILLER, G.W. Integrated concepts in water reuse: Managing global water needs. **Desalination**, Amsterdam, v. 187, p. 65–75, 2006.

MORGAN, K.T.; WHEATON, T.A.; PARSONS, L.R.; CASTLE, W.S. Effects of reclaimed municipal waste water on horticultural characteristics, fruit quality, and soil and leaf mineral concentration of citrus. **HortScience**, Alexandria. v.43, p. 459-464, 2008.

OBREZA, T.; MORGAN, K.T. **Nutrition of Florida citrus trees**, 2<sup>nd</sup> ed. Gainesville: University of Florida, IFAS SL, 2008. 253 p.

O'CONNOR, G.A.; ELLIOTT, H.A.; BASTIAN, R.K. Degradeted water reuse: an overview. **Journal of Environmental Quality**, v. 37, p. 157-168, 2008.

PESTANA, M.; CORREIA, P.J.; VARENNES, A.; ABADA, J.; FARIA, E.A. Effectiveness of different foliar iron applications to control iron chlorosis in orange trees grown on a calcareous soil, **Journal of Plant Nutrition**, New York, v. 24, p. 613–622, 2001.

QIAN, Y.L.; MECHAM, B. Long term effects of recycled wastewater irrigation on soil chemical properties on golf course fairways. **Agronomy Journal**, Madison, v. 97, p. 717-721, 2005.

RATTAN, R.K.; DATTA, S.P.; CHHONKAR, P.K.; SURIBABU, K.; SINGH, A. K. Longterm impact of irrigation with sewage effluents on heavy metal content in soils, crops and groundwater: a case study. **Agriculture, Ecosystems & Environment**, Amsterdam, v. 109, p. 310-322, 2005.

REBOLL, V.; CEREZO, M.; ROIG, A.; FLORS, V.; LAPENA, L.; GARCIA-AGUSTIN, P. Influence of wastewater vs groundwater on young citrus trees. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 80, p. 1441–1446, 2000.

- SCOTT, C.; FARUQUI, N.I.; RASCHID-SALLY, L. Wastewater use in irrigated agriculture: Management challenges in developing countries. In: SCOTT, C.A. et al (Ed.). **Wastewater use in irrigated agriculture**: Confronting the livewlihood and environmental realities. Ottawa, Canada: CABI Publishing; IWMI; IDRC, 2004. p. 1-10.
- TOZE, S. Reuse of effluent water-benefits and risks. **Agricultural Water Management,** Amsterdam, v. 80, p. 147–159, 2006.
- TZANAKAKIS, V.E., N.V. PARANYCHIANAKIS, A.N. ANGELAKIS. Soil as a wastewater treatment system: historical development, water science and technology. **Water Supply**, London, v. 7, p. 67-75, 2007.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **Guidelines for water reuse**. EPA/625/R-04/108. Washington: USEPA, 2004. 286 p.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). Method 3050B. Acid Digestion of Sediments, Sludges, and Soils. In: \_\_\_\_\_Test Methods for Evaluating Solid Wastes: Physical/Chemical Methods, EPA SW-846. 3<sup>rd</sup> ed. v. 1, Sec. A, Chap. 3 (Inorganic Analytes). Washington: USEPA, 1996. p. 1-12.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **A guide to the biosolids risk assessments for the EPA Part 503 rule.** EPA/832-B-93-005. Washington: USEPA, 1995.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA). **Ecological soil screening levels for Cobalt**. Washington: USEPA: Interim Final OSWER Directive 9285.7-67. 2005. 57 p.
- VLEK, P. L. G. **Micronutrients in tropical food crop production**. Dordrecht: Martinus Nijhoff, 1985. 260 p.
- WALKER, C.; LIN, H.S. Soil property changes after four decades of wastewater irrigation: A landscape perspective. **Catena**, Amsterdam, v. 73, p. 63-74, 2008.
- WOLT, J.D. Obtaining soil solution: laboratory methods. In: WOLT, J.D. **Soil solution chemistry: applications to environmental science and agriculture.** New York: John Wiley, 1994. p. 95-120.
- ZEKRI, M.; KOO, R.C.J. A reclaimed water citrus irrigation project. **Proceedings of the Florida State Horticultural Society**. Miami Beach, v. 106, p. 30-35, 1993.
- ZEKRI, M.; OBREZA, T.O. **Micronutrient deficiencies in citrus**: boron, copper, and molybdenum. University of Florida: Gainesville. Disponível em: http://edis.ifas.ufl.edu/SS422. Acesso em: 20 Nov. 2009a.

ZEKRI, M.; OBREZA, T.O. **Micronutrient deficiencies in citrus**: iron, zinc, and manganese. University of Florida: Gainesville. Disponível em: http://edis.ifas.ufl.edu/SS422. Acesso em: 20 Nov. 2009b.

# **6 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

O efluente de esgoto tratado pode ser utilizado como fonte alternativa de água para irrigação e, de forma geral, melhora a fertilidade do solo bem como a nutrição das plantas devido à adição de nutrientes no solo. Contudo, os efeitos são mais pronunciados no longo prazo.

No presente trabalho foi verificado que a irrigação com EET teve efeito benéfico sobre o pH do solo nos dois casos estudados. Tanto no solo sob clima tropical, quanto sob clima subtropical, o valor de pH foi deslocado para faixa que proporciona maior disponibilidade de nutrientes às plantas.

Nos dois agroecossistemas (Piracicaba, SP e Okeechobee, FL), no curto e no longo prazo de irrigação com EET, não houve risco de salinização ou acúmulo de metais pesados no sistema solo-planta.

Estudos de longa duração envolvendo diferentes tipos de solos, de EET, e outras culturas agrícolas são imprescindíveis para o uso sustentável desta técnica.

Pesquisas de âmbito econômico considerando a redução de custos da produção agrícola, pela economia de água, fertilizantes e corretivos, além da valoração dos benefícios ambientais desta técnica, como a eliminação do lançamento do EET em corpos hídricos, devem ser consideradas.

Com base nos resultados obtidos neste trabalho além daqueles realizados pelo projeto PROSAB, pelo NUPEGEL/USP e outros, torna-se notória a viabilidade desta prática. Contudo, para implementação desta técnica e a realização de novas pesquisas, ainda é imprescindível que os órgãos responsáveis determinem as normas para o uso agrícola de EET no Brasil.