

## Determinação sazonal do teor de fósforo em amostras de lodo de esgoto de Juiz de Fora, MG<sup>1</sup>

Jemima Gonçalves Pinto da Fonseca<sup>2</sup>, Lucas Prudêncio Eiterer<sup>3</sup>, Isis Soares e Silva<sup>4</sup>, Maria de Paula Pimenta<sup>5</sup>, Júlio César José da Silva<sup>6</sup>, Leônidas Paixão Passos<sup>7,8</sup>

<sup>1</sup>Agradecimento à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG. Parte da tese de doutorado da primeira autora, financiada pela CAPES

<sup>2</sup>Doutoranda em Química – UFJF, Juiz de Fora, MG. E-mail: jemimagoncalves@yahoo.com.br

<sup>3</sup>Graduando em Ciências Biológicas – CES/JF, Juiz de Fora, MG. E-mail: lucaseiterer@gmail.com

<sup>4</sup>Graduanda em Agroecologia – IF Sudeste MG, Rio Pomba, MG. E-mail: Isis.silva@colaborador.embrapa.br

<sup>5</sup>Graduanda em Agronomia – UFV, Viçosa, MG. E-mail: maria.pimenta@colaborador.embrapa.br

<sup>6</sup>Professor – Departamento de Química, UFJF. E-mail: julio.silva@ufjf.edu.br

<sup>7</sup>Pesquisador – Embrapa Gado de Leite, Juiz de Fora, MG. E-mail: leonidas.passos@embrapa.br

<sup>8</sup>Orientador

**Resumo:** O teor sazonal de fósforo foi analisado em amostras de lodo de esgoto coletados no município de Juiz de Fora, MG, visando avaliar a potencialidade deste resíduo como fonte desse nutriente para uso agrícola, como alternativa sustentável ao uso de fertilizantes convencionais. As amostras de lodo de esgoto foram coletadas no período de janeiro de 2015 a dezembro de 2016, digeridas com ácido nítrico, peróxido de hidrogênio e ácido clorídrico, e os teores de fósforo determinados em espectrofotômetro UV/Vis. Os dados obtidos foram relacionados aos dados oficiais de precipitação pluviométrica, obtidos junto ao Instituto Nacional de Meteorologia (INMET) conforme mensurados na Estação Meteorológica Automática de Juiz de Fora, objetivando verificar possíveis influências climáticas no teor de fósforo. Verificou-se que os teores de fósforo nas amostras de lodo de esgoto foram aproximadamente 15 vezes maiores do que a média relatada na literatura para solos brasileiros cultivados, sugerindo que essa matriz pode ser utilizada como fonte alternativa de fósforo. A influência da precipitação pluviométrica sobre os teores de fósforo do lodo de esgoto foi relativamente pequena no período, indicando pouco efeito de sazonalidade sobre os teores detectados. Não obstante, estudos de longo prazo são necessários para melhor elucidar essa questão.

**Palavras-chave:** fósforo, lodo de esgoto, uso agrícola

## Seasonal determination of phosphorus content in samples of sewage sludge of Juiz de Fora, MG

**Abstract:** The seasonal content of phosphorus was analyzed in samples of sewage sludge collected in the city of Juiz de Fora, MG, aiming to evaluate the potential of this residue as a source of this nutrient for agricultural purposes, as a sustainable alternative to the use of conventional fertilizers. The samples of sewage sludge were collected from January 2015 to December 2016, digested with nitric acid, hydrogen peroxide and hydrochloric acid, and the phosphorus contents determined in a UV / Vis spectrophotometer. The data obtained were related to the official rainfall data obtained from the National Institute of Meteorology (INMET) as measured by the Automatic Meteorological Station of Juiz de Fora, in order to verify possible climatic influences on phosphorus content. Results showed that phosphorus concentrations in the sewage sludge samples were approximately 15 times higher than the average reported in the literature for cultivated Brazilian soils, suggesting that this matrix can be used as an alternative source of phosphorus. The influence of rainfall on the phosphorus content of the sewage sludge was relatively small in the period, suggesting little effect of seasonality on the detected levels. Notwithstanding, studies in longer-term are needed to better elucidate this issue.

**Keywords:** phosphorus, sewage sludge, utilization in agriculture

## Introdução

O fósforo (P) é crucial no metabolismo das plantas, desempenhando papel importante na transferência de energia da célula, na respiração e na fotossíntese. Nos últimos anos tem crescido a preocupação com a escassez de fósforo nos agrossistemas, e o que se tem observado é um grande potencial de reciclagem deste nutriente a partir de águas residuais (NANZER et al., 2014). Uma fonte altamente promissora é o lodo de esgoto (LE) urbano, resíduo proveniente do processo de tratamentos de esgoto doméstico e industrial. Ele é composto principalmente de matéria orgânica, macro e micronutrientes essenciais para organismos vivos, que exercem importante papel na manutenção da fertilidade do solo. Seu uso na atividade agrícola é estimulado em países da Europa, Estados Unidos e Japão. No Brasil, a utilização deste resíduo vem sendo estudada desde que a concentração de metais e elementos tóxicos não ultrapasse os limites previstos na legislação ambiental vigente (PRITCHARD et al., 2010; SERRANO et al., 2016). A fim de fornecer subsídios para utilização futura do LE produzido no município de Juiz de Fora, MG como fonte de P para a produção agrícola, realizou-se um estudo sazonal do teor de fósforo em amostras de lodo coletadas em Janeiro de 2015 a dezembro de 2016.

## Material e Métodos

Foram coletadas mensalmente 24 amostras de LE durante os períodos de janeiro de 2015 a dezembro de 2016 na ETE (Estação de Tratamento de Esgoto) da CESAMA-JF (Companhia de Saneamento de Juiz de Fora), unidade Mercedes-Benz/Barreira do Triunfo. Foi realizada uma coleta mensal e realizada uma análise em triplicata autêntica em dezembro de 2016 para avaliação da precisão do método.

Na coleta utilizaram-se frascos de polietileno e sacos *zip-loc* previamente descontaminados em solução de  $\text{HNO}_3$  10% durante 24 horas para o acondicionamento do material. No laboratório, a amostra foi estocada em refrigerador, em temperatura abaixo de  $10\text{ }^\circ\text{C}$  - para evitar a proliferação de fungos, bactérias e microrganismos - e em seguida foi preparada para análise. Para análise, as amostras foram retiradas da geladeira e quarteadas manualmente com auxílio de uma régua de plástico previamente descontaminada em solução de  $\text{HNO}_3$  10% v/v por 24 horas. Após o quarteamento, foram secas em estufa a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  durante três dias e pulverizadas em graal com pistilo, ambos em ágata, previamente descontaminados. A amostra seca e macerada foi passada em peneira de 2 mm para posterior digestão e análise.

Para a digestão empregou-se um bloco digestor com capacidade para 40 tubos. A digestão foi feita seguindo o método EPA 3050B que utiliza ácido nítrico, peróxido de hidrogênio e ácido clorídrico para destruição da matéria orgânica a obtenção do analito na forma iônica. Para a análise de P empregou-se um espectrofotômetro UV/Vis modelo CECIL CE1010, acoplado com lâmpada de  $\text{D}_2$ , detector de fotiodo e monocromador. Utilizaram-se cubetas de vidro para as leituras, no comprimento de onda de 420 nm. Preparou-se uma solução de molibdato de amônio a 5% m/v (reagente 1) e uma solução de vanadato de amônio ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) a 0,25% m/v (reagente 2). A partir de uma solução padrão estoque de  $1000\text{ mg L}^{-1}$  construiu-se uma intermediária de  $50\text{ mg L}^{-1}$ . Utilizando a solução intermediária, prepararam-se os pontos da curva e adicionou-se 1 mL de amostra digerida em cada ponto incluindo o branco, sendo o meio acidificado com  $\text{HNO}_3$  1% v/v. Pipetou-se 5mL de cada padrão intermediário para tubos de ensaio e adicionou-se 2mL do reagente misto preparado no momento da leitura (mistura de partes iguais dos reagentes 1 e 2). O material foi homogeneizado em *vortex* (Thermolyne, modelo Maxi Mix II 37600) e em seguida as soluções permaneceram por 30 minutos em descanso para o desenvolvimento da cor e formação do complexo. Após esse período, foram realizadas as leituras no espectrofotômetro. A linearidade da curva analítica, a validade do modelo e a significância estatística foram avaliadas pela Análise de Variância (ANOVA) e os pressupostos de normalidade e homocedasticidade foram verificados pelo teste de Shapiro - Wilk e Cochran respectivamente. A precisão do método foi avaliada pelo desvio padrão para  $n=3$ . Testes de adição e recuperação do analito foram realizados, em dois níveis de concentração, para avaliar a exatidão. Os dados obtidos foram comparados com o parâmetro meteorológico precipitação pluviométrica para avaliar alguma relação.

## Resultados e Discussão

Os valores de concentração obtidos variaram de 1,40-2,44% de P em base seca. A legislação brasileira (CONAMA 375/2006) e as internacionais (Diretiva 86/278/CEE da União Europeia e CRF US EPA 40/1993 dos EUA) não especificam uma concentração limite para o P em LE utilizado para fins agrícolas. A quantidade total de P nos solos brasileiros, na profundidade de 0-20 cm, varia entre 0,005 e 0,2 % (MALAVOLTA, 2006). A quantidade de P presente nas amostras de LE foi 15 vezes maior do que no solo, sugerindo que essa matriz pode ser utilizada para suprir a deficiência desse nutriente. Comparando os resultados obtidos do LE da ETE de Juiz de Fora com as demais ETE's do Brasil, que variam entre 0,6 - 3,7 % de P em base seca observa-se que o LE produzido em JF possui uma das maiores concentrações de P do país.

Os testes de Shapiro-Wilk e Cochran realizados em todas as curvas demonstraram que os valores apresentaram uma distribuição normal (p-valor maior que 0,05) e homocedástica. Para verificar se os modelos de regressões foram bem ajustados e estatisticamente significativos, realizou-se uma análise de variância (ANOVA). Obteve-se o valor de F calculado < que F tabelado para a falta de ajuste, indicando que o modelo proposto é adequado para a análise. Para verificar a significância da regressão linear comparou-se o F calculado com o F tabelado. Observou-se que o F calculado apresentou valores >> F tabelado para a significância, indicando assim boa linearidade do método, observado também pelo coeficiente de determinação ( $r^2$ ) com valor de 0,9999. Obteve-se um valor de desvio padrão de 0,28 (para  $n = 3$ ), demonstrando boa precisão do método. Os ensaios de recuperação apresentaram valores de 110 e 116%. De acordo com a literatura, os intervalos aceitáveis de recuperação para a análise de resíduos geralmente estão entre 70 a 120% (RIBANI, 2004) demonstrando assim que o método utilizado apresentou exatidão adequada.

Para o gráfico de dispersão, observou-se que não houve nenhuma relação do teor de P no LE com a precipitação pluviométrica, indicando que os períodos mais secos ou chuvosos não interferem na concentração de P em amostras de LE.

## Conclusões

Os teores de P nas amostras de lodo de esgoto coletadas em Juiz de Fora, MG, são expressivos e cerca de 15 vezes superiores aos níveis médios relatados para solos brasileiros usados na agricultura, sugerindo fortemente que essa matriz pode ser utilizada como fonte alternativa de fósforo.

A influência da precipitação pluviométrica sobre os teores de P do LE foi relativamente pequena ou nula durante o período estudado, indicando pouco efeito de sazonalidade sobre os teores detectados.

Estudos de longo prazo são necessários para melhor caracterizar os efeitos da adubação tendo o LE como fonte de P e também a possível influência da sazonalidade sobre os teores disponíveis desse elemento essencial.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Cristiano Amancio V. Borges, Mário B. Tristão, Nilva Guadereto M. Sanguedo e Sebastião de Castro Evaristo pelo auxílio na condução dos trabalhos.

## Referências

MALAVOLTA, E. **Manual de Nutrição Mineral das Plantas**, São Paulo, Editora Agronômica Ceres, 2006, cap. 2-5.

NANZER, S.; OBERSON, A.; BERGER, L.; BERSET, E.; HERMANN, L.; FROSSARD, E. The plant availability of phosphorus from thermo-chemically treated sewage sludge ashes as studied by  $^{33}\text{P}$  labeling techniques. **Plant Soil**. 377:439–456, 2014.

PRITCHARD, D. L. and P.; McLAUGHLIN and N, RIGBY and M. J.; SCHWARZ and H, K. Land application of sewage sludge in Australia: risks to environment and food crops. **Water Science and Technology – WST**. 62: 48-57, 2010.

RIBANI, M. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**. 27: 771-780, 2004.

SERRANO, A.; SILES, J. A.; MARTÍN, M. A.; CHICA, A. F.; ESTÉVEZ-PASTOR, F. S.; E, TORO-BAPTISTA. Improvement of anaerobic digestion of sewage sludge through microwave pre-treatment. **Journal of Environmental Management**. 177: 231-239, 2016.